



KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH GmbH

Projektleitung Material- und Rohstoffforschung

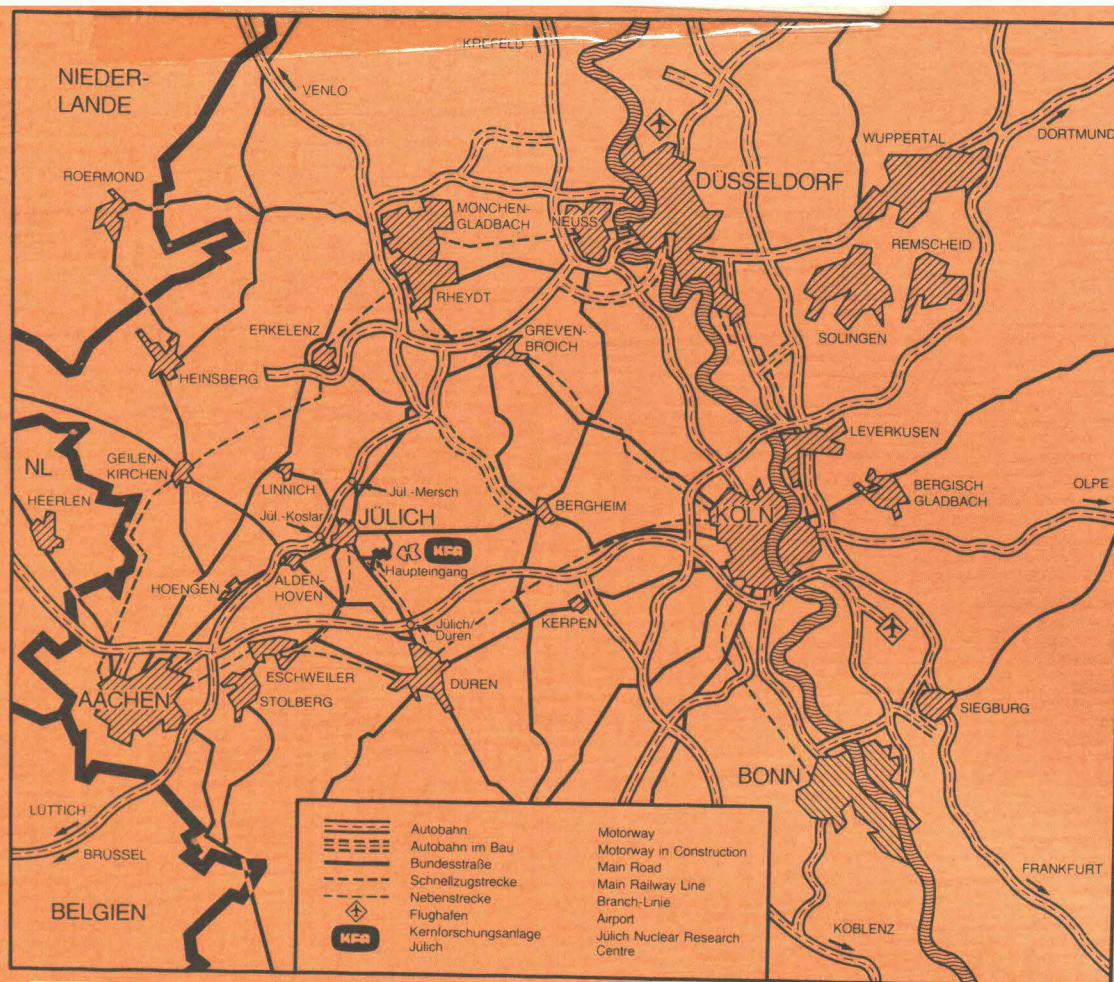
**Prüfverfahren keramischer
Hochleistungswerkstoffe
und deren Grundlagen**

– Eine Übersicht –

von

Wolfgang Kollenberg

**Jül - Spez - 470
Oktober 1988
ISSN 0343-7639**



Spezielle Berichte der Kernforschungsanlage Jülich – Nr. 470

Projektleitung Material- und Rohstoffforschung Jül - Spez - 470

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH

Postfach 1913 · D-5170 Jülich (Bundesrepublik Deutschland)

Telefon: 02461/610 · Telex: 833556-0 kf d

Prüfverfahren keramischer Hochleistungswerkstoffe und deren Grundlagen

– Eine Übersicht –

W. Kollenberg
Projektleitung Material- und Rohstoffforschung
KFA Jülich GmbH

Zusammenfassung

Für einzelne Eigenschaften keramischer Hochleistungswerkstoffe werden aus der Literatur zugängliche Prüfverfahren beschrieben und diskutiert. Dabei handelt es sich um solche Eigenschaften, für deren Prüfung prioritär einheitliche und reproduzierbare Prüfverfahren gewünscht werden. Die Methoden werden soweit dargestellt, daß die bei der Normierung ggf. auftretenden Schwierigkeiten und die Notwendigkeit weiterer Entwicklungen erkannt werden.

Zur Beschreibung der Biegefestigkeit stehen zwei im wesentlichen ausgereifte Verfahren zur Verfügung: die 4-Punkt-Biegeprüfung und der Doppelringversuch. Die Zugprüfung hat zwar in den letzten Jahren große Fortschritte gemacht und kann in gewissen Grenzen zum Stand der Technik gerechnet werden. Es fehlen aber noch, z.B. auf die Probengeometrie und Probenhalterung bezogen, vergleichende Untersuchungen, die Voraussetzung einer Normierung sind.

Zur Prüfung der Rißzähigkeit bzw. des Bruchwiderstandes sind verschiedene Methoden in der praktischen Anwendung. Da sie aber oft zu unterschiedlichen, nicht vergleichbaren Ergebnissen führen, sollte hier mittelfristig eine Festlegung auf ein oder zwei Standardverfahren erfolgen.

Sowohl für die Bestimmung der Härte als auch zur Ermittlung thermischer Eigenschaften stehen Verfahren zur Verfügung, die z.B. bei der Prüfung von Glas genormt sind und die mit notwendigen Änderungen auf keramische Hochleistungswerkstoffe übertragbar sind.

Abschließend werden Perspektiven zukünftiger F+E-Anstrengungen zur Prüfung und Charakterisierung diskutiert. Dabei wird die Notwendigkeit bauteilgerechter Prüfung und der Entwicklung von Lebensdauermodellen hervorgehoben.

Inhalt

Zusammenfassung

Einleitung

1. Festigkeit
 - 1.1 Biegefestigkeit
 - 1.1.1 4-Punkt-Biegeversuch
 - 1.1.2 Doppelringbiegeversuch
 - 1.1.3 C-Ring-Versuch
 - 1.2 Zugfestigkeit
 - 1.2.1 Einaxiale Zugprüfung
 - 1.2.2 Scheiben-Druck-Versuch
2. Rißzähigkeit bzw. Bruchwiderstand
 - 2.1 Biegeprobe
 - 2.2 Doppel-Auslegerbalken-Probe
 - 2.3 Doppeltorsionsprobe
 - 2.4 Probe mit Spitzkerbe
 - 2.5 Probe mit Oberflächenriß
 - 2.6 Härteeindruck-Methode
3. Härte
 - 3.1 Vickers-Härte
 - 3.2 Knoop-Härte
 - 3.3 Rockwell- und Brinell-Härte
4. Thermische Eigenschaften
 - 4.1 Wärmedehnung
 - 4.2 Wärmetransport
5. Diskussion

Literaturverzeichnis

Tabellen

Abbildungen

Einleitung

Die Entwicklung keramischer Hochleistungswerkstoffe (auch Struktur- oder Ingenieurkeramik genannt) hat in letzter Zeit sehr große Fortschritte gemacht. Es fehlt jedoch an normierten bzw. normierbaren Prüfverfahren. Um diesem Zustand Abhilfe zu schaffen, ist folgendes Vorgehen denkbar:

1. Überarbeitung bestehender Prüfverfahren für metallische oder andere nicht keramische Werkstoffe,
2. Entwicklung neuer Prüfverfahren, um keramik-spezifisches Verhalten zu beschreiben.

Tabelle 1 gibt eine Übersicht über Einschränkungen verschiedener Testverfahren. Daraus geht hervor, daß für viele Eigenschaften noch keine befriedigenden Prüfmethoden vorliegen.

Mit dieser Studie soll der Versuch unternommen werden, die für die Normung von Prüfverfahren an keramischen Hochleistungswerkstoffen notwendigen Grundlagen zusammenzutragen. Dabei ist weniger auf eine wissenschaftliche Vollständigkeit als auf die Darstellung vorrangig zu klärender Aspekte abgezielt. Für die im folgenden behandelten Eigenschaften besteht eine prioritäre Notwendigkeit der Normung aus Anwender-Hersteller-Sicht. Dabei wurde auf die Behandlung elektrischer, magnetischer und optischer Eigenschaften verzichtet. Auch auf eine Reihe weiterer, nicht minder wichtiger Aspekte, wie die unterkritische Rißausbreitung, das Thermoschockverhalten, Korrosion/Oxidation, tribologische Eigenschaften, Eigenspannungen usw. wird im Rahmen dieser Studie nicht eingegangen.

Für die Zukunft ist es ferner notwendig, Möglichkeiten zu finden, wie Daten über Keramik ermittelt und dargestellt werden, so daß die Kombination von Materialqualität, Herstellungsverfahren und Bauteildesign wiedergegeben wird. Perspektivische Überlegungen müssen daher nicht nur zu Prüfverfahren im eigentlichen Sinne, sondern auch zu Relevanz in Bezug auf Materialcharakterisierung und -anwendung angestellt werden. Dazu gehört auch eine

Weiterentwicklung statistischer Methoden und mathematischer Modelle. Struktur und Eigenschaften müssen als Wechselwirkung komplexer Systeme erfaßt werden.

ALMOND (1982) weist darauf hin, daß bessere Testverfahren entwickelt werden könnten, wenn die Probleme wissenschaftlich grundlegender betrachtet würden. Durch die Verkettung von Mikrostruktur, Deformationseigenschaften, mechanischem Verhalten und Herstellung wird dem Rechnung getragen. Auch der Zusammenhang zwischen Textur und Anisotropie sollte beachtet werden. Es wäre notwendig, die Methoden der modernen Texturanalyse (vgl. BUNGE 1984) auch auf keramische Materialien anzuwenden.

Ein Ziel dieser Studie ist es, den status quo bekannter Materialprüfverfahren aufzuzeigen und darauf basierend weniger durch trial and error als durch interdisziplinäre Zusammenarbeit keramikgerechte Testprozeduren anzuregen.

Alle Untersuchungsmethoden an monolithischer Keramik können im Prinzip auch bei Verbundkeramik angewandt werden. Es müssen jedoch einige spezielle Gesichtspunkte beachtet werden, auf die hier jedoch nicht weiter eingegangen werden soll.

Bei der Diskussion der Prüftechniken für Keramik sollten auch verstärkt Verfahren zur Prüfung von Verbindungen beachtet werden, da die derzeitige Entwicklung der Fügetechniken dringend derartige Verfahren benötigt. Zur Zeit befinden sich Techniken zur Prüfung von Keramik/Keramik- oder Keramik/Metall-Verbindungen (vergl. Entwurf DVS-Merkblatt 3101) noch in den Anfängen.

1. Festigkeit

Bei der Auslegung keramischer Bauteile sind im wesentlichen folgende Aspekte von Bedeutung:

- Material und Herstellungsverfahren
- Größe und Form
- Art der Belastung und Spannungsverteilung
- Belastungs- und Verformungsrate
- Einsatztemperatur und Umgebungsmedium

Als eine Voraussetzung gilt, daß die während des Einsatzes angreifende Last die erwartete Bauteilfestigkeit nicht überschreitet.

Festigkeit ist keine physikalische Eigenschaft im eigentlichen Sinn. Spricht man einem Körper oder Werkstoff eine hohe Festigkeit zu, so impliziert man einen hohen Widerstand gegenüber allen Formänderungen. Entsprechend der angewandten "Formänderung" kann man vorrangig Druck-, Zug-, Biege- und Scherfestigkeit unterscheiden, bzw. durch entsprechende Testverfahren beschreiben. Es handelt sich dabei also um eine Kurzzeit-Festigkeit. Auf Festigkeiten bei Langzeit-Belastungen und/oder korrosiver bzw. oxidierender Beanspruchungen soll an dieser Stelle nicht näher eingegangen werden. Ein vergleichender Überblick der verschiedenen Verfahren zur Ermittlung der Festigkeiten ist in Tabelle 2 gegeben. Die Festigkeit, aber auch andere makroskopische Eigenschaften, eines Festkörpers sind durch eine Reihe von Strukturparametern bestimmt, wie z. B.:

- Bindung innerhalb der Kristalle/Körner,
- Bindung zwischen den Kristallen/Körnern,
- Korngröße, Kornform, Kornorientierung
- Orientierungsbeziehung in den Korngrenzen
- Porosität,
- Oberflächenbeschaffenheit,
- innere Spannung.

...

Mit allen bekannten Testverfahren gelingt es lediglich einen oder zwei dieser Aspekte zu erfassen. So ist die Zugfestigkeit stark von der Kornverwachsung abhängig, während die Druckfestigkeit eher von der Bindung innerhalb der Körner begrenzt ist. Nach MORRELL (1987) hängen die Resultate von Festigkeitsversuchen ab von:

1. Probenherstellung (insbesondere wenn nicht aus Komponenten geschnitten): Dichte, Porengröße und -verteilung, Korngröße und -verteilung, Phasenverteilung, Vorzugsorientierung, Verunreinigungen, Herstellungsfehlern, Oberflächen- und Kantenbearbeitung.
2. Geometrie- und Belastungsweise der Testvorrichtung: Volumen des Testmaterials, ein- oder mehraxiale Belastung, Reibungseffekte und Spannungskonzentrationen an den Lastangriffspunkten, Ausrichtung der Lastangriffspunkte oder der Probenflächen oder Möglichkeit zur Selbstausrichtung, Profil der beanspruchten Kanten.
3. Testbedingungen: Belastungs- bzw. Verformungsrate, chemische Umgebung, Temperatur.

Die Verwendung kleiner Proben mit sorgfältig polierten Oberflächen und Kanten und schnellen Belastungsraten führen zu hohen Festigkeiten, die in der praktischen Anwendung unrealistisch sind. Generell sind alle Festigkeitsangaben, die nicht an Bauteilen ermittelt werden, kritisch zu betrachten. Standardisierte Testverfahren sind jedoch im Hinblick auf die Vergleichbarkeit von Materialien sinnvoll und notwendig. Sowohl für einen solchen Vergleich, als auch im Hinblick auf möglichst realistische Festigkeitsangaben ist eine Beanspruchung möglichst großer Proben volumina wichtig. Aufgrund dieser Einschränkungen erscheint die Verwendung des 3-Punkt-Biegetest nicht ratsam und dieses Verfahren soll im folgenden nicht behandelt werden. Zur Beschreibung einer "Kurzzeit-Festigkeit" sollten die Testverfahren auch und vor allem danach beurteilt werden, wo der zerstörende Bruch seinen Ausgang nimmt. Bei der Ermittlung von Biegefestigkeiten tritt der Bruch in aller Regel durch Kanten- oder Oberflächenschäden ein.

Insbesondere die Entwicklung geeigneter Verfahren zur Ermittlung der Zugfestigkeit sind daher dringend erforderlich. Die Charakterisierung von "Langzeit"-Festigkeitsdaten unter Einsatzbedingungen ist zur Zeit ebenfalls noch nicht gesichert möglich. Einzelne Aspekte, die hier zusammenfließen, sind vor allem das unterkritische Rißwachstum, die Gefügeveränderung und das Einsetzen des Kriechens bei hohen Temperaturen, der Einfluß der Umgebung, speziell Luftfeuchtigkeit, aber auch die langfristige Wirkung korrosiver und oxidierender Medien.

Der DKG/DVM-Arbeitskreis "Festigkeit keramischer Werkstoffe" hatte es sich in einer gemeinsamen Untersuchung zum Ziel gesetzt, "auf der Grundlage der Festigkeitsdaten, gemessen an Prüfkörpern, und der Festigkeitsdaten, gemessen an Bauteilen, die Gültigkeit des weibullstatistischen Ansatzes zur Bestimmung der Bauteilfestigkeit aus Werkstofffestigkeitsdaten zu überprüfen und ggf. zu bestätigen" (LINDNER 1987). Dabei hatten Prüfkörper und "Bauteile" gleiche Größe (Länge = 100 mm, Breite = 7 mm, Höhe = 16 mm). Die "Bauteile" unterschieden sich lediglich durch die Größe der angebrachten Kerben (Radius = 4, 2 und 1 mm). Alle Körper wurden im 4-Punkt-Biegetest geprüft. Inwiefern die hier gefundene Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment aufgrund der Simplifizierung der Bauteile signifikant ist, bleibt zu diskutieren.

1.1 Biegefestigkeit

1.1.1. 4-Punkt-Biegeversuch

Man unterscheidet beim 4-Punkt-Biegeversuch (4PB) (Abb. 1.1) zwei Versuchsanordnungen:

$$\frac{1}{3} \quad 4PB: \quad a = l = \frac{1}{3} L$$

$$\frac{1}{4} \quad 4PB: \quad a = \frac{1}{4} L; \quad l = \frac{1}{2} L$$

BARATTA (1982) gibt geometrische Verhältnisse der Proben und Lastangriffspunkte an, bei denen die Fehlerspannweite tolerierbar gering ist. Grundlage ist die Diskussion von Schlußfolgerungen aus der einfachen Balkenmechanik und externer Einflüsse. Wählt man

$$3.5 \leq a/d \leq 12.5 \text{ und} \\ b/d \leq 15.0$$

(mit d = Höhe und b = Breite des Balkenquerschnittes)

läßt sich der akkumulierte Fehler auf weniger als $\pm 2 \%$ begrenzen. Die untere Grenze in der ersten Relation ist gegeben durch den Fehler, der durch nicht-lineare Spannungsverteilung entsteht. Die zweite Relation wird in MIL-STD 1942 standardisiert zu

$$b/d = 1.33$$

In Bezug auf eine Standardisierung scheinen die "internen" Fehler jedoch weniger bedeutend als die externen. Diese sind in erster Linie falscher Lastangriff infolge starrer Lager und Reibung. Durch die Entwicklung einer entsprechenden Halterung (Abb. 1.2) lassen sich diese Fehler ausschließen (HOAGLAND et al. 1976).

...

Vergleichsmessungen nach der 3- bzw. 4-Punkt-Methode ergeben in der Regel bei letzterer eine geringere Festigkeit (SALMANG & SCHOLZE 1982). Ursache dafür ist, daß der Bruch seinen Beginn meist in der Oberfläche hat. Aufgrund der beim 4PB größeren beanspruchten Fläche und des größeren Volumens ist die Versagenswahrscheinlichkeit höher. Entsprechend läßt sich folgern, daß bei gleicher Probengröße der $\frac{1}{3}$ 4PB höhere Festigkeit liefert als der $\frac{1}{4}$ 4PB.

Der Zustand der Probenoberfläche ist von großer Bedeutung für die ermittelte Festigkeit. Es ist keine einheitliche Vorschrift zur Präparation bekannt und aufgrund der unterschiedlichen Eigenschaften keramischer Werkstoffe auch kaum möglich. MORRELL (1987) schlägt vor, eine Anzahl von "Standard Oberflächenbearbeitungen" festzulegen, um nicht nur die (hohe) Festigkeit eines Werkstoffes mit sorgfältig polierten Flächen zu demonstrieren, sondern auch zu zeigen, wie fest er nach normalem oder schlechtem Schliff ist. In der MIL-STD 1942 wird empfohlen, stets in Richtung der Probenlängserstreckung zu schleifen.

Kantenfehler infolge der Bearbeitung oder des Transportes sind Ursache für ein frühzeitiges Versagen der Probe. Abrunden oder Abschrägen der Kanten kann frühzeitiges Versagen verhindern. Dabei ist jedoch auf folgende Relationen (vergl. Abb. 1.3) zu achten (BARATTA 1982):

$$\begin{array}{lcl} & r/d & \leq 0.5 \\ \text{bzw.} & c/d & \leq 0.35 \end{array}$$

unter der Voraussetzung, daß $b/d \leq 1.3$ ist.

Da durch ein Abschrägen sich die Zahl der Kanten verdoppelt, ist dem Abrunden prinzipiell der Vorzug zu geben. Es liegen noch keine Untersuchungen mit laserbearbeiteten Proben vor. Dies wäre ggf. sowohl im Hinblick auf die Herstellungskosten als auch für die Oberflächenqualität eine zu berücksichtigende Technologie.

...

Zur Bestimmung der 4-Punkt-Biegefestigkeit gilt folgende Standardformel:

$$\sigma_{4PB} = \frac{3 \cdot P}{b \cdot d^2} \cdot \frac{(L - l)}{2}$$

mit P = Bruchlast

L = Abstand der äußeren Lager

l = Abstand der inneren Lager

b = Probenbreite

d = Probendicke

1.1.2 Doppelring-Biegeversuch

Die Besonderheit der Doppelring-Biegeprüfung (DRB) liegt darin, daß ausschließlich ein kreisförmig begrenztes Flächenstück der Probe - nicht aber deren Rand - der Maximalbeanspruchung unterliegt. Dadurch wird der im 3PB und 4PB auftretende "Kanteneffekt" vermieden. Im Bereich kleiner Durchbiegungen bildet sich ein zweiachiales Spannungsfeld aus. Es liegt die DIN 52292 vor, die zur Prüfung von Glas und Glaskeramik heranzuziehen ist. Darin sind folgende Prüfgeometrien genannt (Abb. 1.4):

| Lastring | Stützring | Probenradius |
|----------|-----------|--------------|
| r_1 | r_2 | r_3 |
| 9 mm | 45 mm | 50 mm |
| 6 mm | 30 mm | 33 mm |

Die Probendicke soll von der Biegefestigkeit abhängen. Für eine Biegefestigkeit bis 100 N/mm^2 wird eine Mindestdicke von 2 mm empfohlen. Pro 100 N/mm^2 Festigkeitssteigerung soll die Probendicke um 0,5 mm zunehmen. Die erste Geometrie dürfte für Strukturkeramik aufgrund der Probengröße ausfallen.

Die Biegefestigkeit wird berechnet nach:

$$\sigma_{\text{DRB}} = 1.08 \frac{P}{d^2}$$

mit P = Bruchlast
 d = Dicke der Probe

Der Faktor 1.08 ergibt sich bei konstantem Verhältnis der Radien $r_1 : r_2 = 1 : 5$ und einer Poisson-Zahl $\mu = 0.22$.

Der DKG-Arbeitskreis "Festigkeit keramischer Werkstoffe" hat verschiedene Doppelring-Geometrien diskutiert, unter der Maßgabe der Industrie, einen Probendurchmesser von maximal 45 mm aufgrund der Herstellungskosten nicht zu überschreiten. Es wurde nur eine Geometrie ($r_1 = 8 \text{ mm}$, $r_2 = 16 \text{ mm}$, $r_3 = 22,5 \text{ mm}$) für einen Ringversuch, der 1988 durchgeführt werden soll, ausgewählt.

...

Entscheidende Größen beim Doppelring-Biegeversuch sind das Verhältnis von aufgebrachter Last zur Spannung innerhalb des vom Lastring begrenzten Probenteils (Abb. 1.5) und die am Rand verbleibende Resttangentialspannung. Für die ausgewählte Geometrie liegen beide Werte ungünstiger als bei den in der o.g. DIN 52292 festgelegten Radien. Günstiger ist dagegen, daß bei kleinerer Probenfläche die relative Prüffläche nahezu verdoppelt wird gegenüber der DIN-Geometrie.

GIOVAN & SINES (1979) vergleichen Festigkeiten, die einerseits mit 3PB bzw. 4PB und andererseits mit Doppelring-Biegeprüfung ermittelt wurden. Das letztgenannte Verfahren liefert Werte, die etwa 8 % unter den Resultaten von 3 bzw. 4PB liegen. Die Autoren führen statistische Überlegungen an, mit deren Hilfe es möglich ist, Doppelring-Biegeprüfergebnisse aus der Verteilung der 4PB-Ergebnisse signifikant zu prognostizieren. Da in realen Bauteilen aufgrund einer Reihe von Umständen gewöhnlich mehraxiale Spannungsfelder vorherrschen, ist die Doppelring-Biegeprüfung nicht nur unproblematischer in der Durchführung, sondern sie liefert vermutlich auch aussagekräftigere Ergebnisse als 3 bzw. 4PB.

1.1.3 C-Ring-Versuch

Zur mechanischen Charakterisierung von keramischen Rohrbauteilen wird als Alternative zum üblichen Biegeversuch der sogenannte C-Ring-Test beschrieben (POPP & HEIDER 1983, EVANS & STEVENS 1984). Die Proben können aus Rohren herausgeschnitten werden, wobei die entstehenden Ringe halbiert werden. Bei einer geeigneten Probenfixierung (Abb. 1.6) kann durch Druckbeanspruchung der äußere Radius und durch Zugbeanspruchung der innere Radius der Probe geprüft werden. Die genannten Autoren haben die so ermittelten Festigkeiten mit 4-Punkt-Biegefestigkeiten verglichen und kommen zu einer guten Übereinstimmung der Ergebnisse. Dabei erweist sich der C-Ring-Test an ungeschliffenen Rohrsegmenten erheblich wirtschaftlicher als der Biegeprobentest, bei dem die Proben sehr aufwendig aus der Rohrwandung prepariert werden müssen.

Eine Alternative wird von WEILER (1988) aufgezeigt. Er verwendet ein Rohr- bzw. Zylinder-Segment im 4PB (Abb. 1.7). Dieses Verfahren weist folgende Vorteile auf:

1. Die Festigkeitswerte werden nicht durch Kanten- oder Flächenbearbeitung beeinflusst.
2. Es ist möglich, die Festigkeit der äußeren Oberfläche zu bestimmen.
3. Die Probenpräparation ist einfach.

...

1.2 Zugfestigkeit

Die Realisierung des klassischen Zugversuches, bei dem die Probe einer einaxialen homogenen Zugspannung unterworfen wird, ist für keramische Materialien unbedingt notwendig, da diese bei hohen Temperaturen ihr linear-elastisches Verhalten ändern und plastische Verformung, Kriechen und Relaxation einsetzen. Unter diesen Bedingungen können die Resultate aus dem 4PB nur beschränkt angewandt werden. Reale Gefügeschädigungsprozesse und lebensdauerbestimmende Vorgänge werden in Bauteilen vorwiegend durch Zugspannungen bewirkt. Daher stellt die Zugfestigkeit für den Konstrukteur den fundamentalen Kennwert eines Werkstoffes dar. Auch der Vergleich des geprüften Volumenanteils bei 3PB, 4PB und Zugversuche unterstreicht die Bedeutung und Notwendigkeit der Zugprüfung (NILSSON & MATTSSON 1986):

| | Proben- dimension (mm) | Prüf- volumen (mm ³) |
|------|------------------------------|--|
| 3-PB | 3 x 3 x 20 | 0.45 |
| 4-PB | 3.5 x 4.5 x 50 | 16.5 |
| Zug | Ø 9.5 x 35 | 2 480.0 |

Im Zugversuch wird also mehr als das 5000-fache Volumen im Vergleich zum 3PB und etwa das 150-fache Volumen im Vergleich zum 4PB geprüft.

In der Literatur wird eine Reihe von Ansätzen beschrieben, Zugprüfeinrichtungen zu entwickeln. Alle bisherigen Vorschläge haben jedoch beachtliche Nachteile. Entweder werden die Proben eingeklebt, was den Einsatz bei hohen Temperaturen ausschließt, oder die Proben werden formschlüssig gehalten, was die Präparation sehr aufwendig und teuer macht.

Daneben existiert eine Reihe indirekter Methoden, die auch in den Geowissenschaften zur Anwendung kommen. Diese Verfahren zeigen auch für keramische Materialien ein Anwendungspotential, da umfangreiche und preiswerte Messungen ermöglicht werden.

1.2.1 Einaxiale Zugprüfung

Im idealen Zugversuch würde eine zylindrische Probe einer gleichmäßigen axialen Last an den Enden ausgesetzt. Die Spannung wäre dann überall in der Probe gleich. In der Praxis erweist es sich jedoch als unmöglich, Zugkräfte gleich verteilt über die Probenendflächen aufzubringen. Deshalb sind eine Reihe verschiedener Einspannmethoden in der Literatur vorgeschlagen worden: Gewinde, Rundkopf, konischer Ansatz, Klemmring usw. Bei den meisten Zugprüfeinrichtungen wird die Last durch einen Schermechanismus übertragen. Idealisiert kann man jedoch voraussetzen, daß im zentralen Bereich der Probe reine Zugbeanspruchung vorliegt, vorausgesetzt diese ist lang genug. In der Literatur sind zur Zeit über 20 verschiedene Probengeometrien vorgeschlagen. Vergleichende Untersuchungen sind nicht bekannt. Eine Auswahl ist in Abb. 1.8 zusammengestellt. Im Experiment kommt zur gewünschten reinen Zugbeanspruchung ein geringes Biegemoment, hervorgerufen durch Reibung, ungenaue Probenbearbeitung, Inhomogenität und andere Faktoren (MORDFIN & KERPER 1969). Bei duktilen Materialien kann das Biegemoment durch geeignete Testverfahren und die Verformbarkeit der Probe soweit eingeschränkt werden, daß es nicht berücksichtigt werden braucht. Bei spröden Werkstoffen, wie Strukturkeramik, ist dies nicht der Fall. Ein vorzeitiger Bruch der Probe wird durch zusätzliche Biegespannungen eingeleitet. Dieser Umstand macht eine besondere Sorgfalt erforderlich und läßt Routineuntersuchungen zur Zeit nicht zu. MORDFIN & KERPER (1969) sehen als einzige Lösung die Instrumentierung aller Probenkörper und eine Ablehnung aller Resultate, für die das Biegemoment 2 % der Zugspannung überschreitet. PEARS (1963) entwickelt eine gasgelagerte Vorrichtung, die diesen Anforderungen gerecht wird. LIU (1988) stellt hydraulisch betriebene selbsteinstellende Halterungen vor, die eine gleichmäßige Beanspruchung mit max. 1 % Biegemoment gewährleisten (Abb. 1.9). Alle bisher beschriebenen Testverfahren verlangen Proben, die mit hoher Präzision hergestellt sind, um Spannungskonzentrationen zu minimieren und unkontrollierbare Biegung zu vermeiden. Diese Anforderungen machen die einzelnen Proben sehr teuer und verhindern damit

...

den Einsatz dieser Methoden für Routineuntersuchungen. Diese Schwierigkeiten werden durch ein von Nilsson und Mattsson 1986 vorgeschlagenes Verfahren überwunden. Bei dieser sogenannten ASCERA Methode werden zylindrische Stabproben von 9 - 10 mm Durchmesser und einer Länge von 120 mm verwendet. Die Probenenden werden in 2 Stahlkolben eingeklebt, die dann während des Versuches hydraulisch auseinandergedrückt werden (Abb. 1.10). Der einzige Nachteil dieses Verfahrens dürfte darin bestehen, daß eine Hochtemperaturprüfung nicht möglich ist.

1.2.2 Scheiben-Druck-Versuch

Als eine Alternative zum einaxialen Zugtest, der sehr aufwendig in seiner Durchführung ist, könnte die diametrale Druckbeanspruchung von zylindrischen bzw. scheibenförmigen Proben eine große praktische Bedeutung gewinnen. Die von zahlreichen Autoren (u.a. SPRIGGS, BRISETTE & VASILOS 1964, MELLOR & HAWKES 1971, SHAW, BRAIDEN & DeSALVO 1975, PETROSKI & OJDROVIC 1987) dargestellten theoretischen und experimentellen Aspekte zeigen, daß dieses indirekte Verfahren zwar kein Ersatz für direkte einaxiale Zugversuche sein wird, aber aufgrund seiner einfachen Probengeometrie eher für Routineuntersuchungen und große Probenmengen geeignet ist. Vergleichende Untersuchungen an Baustoffen, Gesteinsproben und spröden Werkstoffen zeigen eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse direkter und indirekter Prüfung.

Die Prüfgeometrie des Scheiben-Druck-Versuchs ist in Abb. 1.11 dargestellt. Bei dieser Belastungsanordnung tritt Zugbeanspruchung senkrecht zur Belastung in der Mitte der Scheibe auf. Sie wird ermittelt nach:

$$\sigma_{SD} = \frac{P}{\pi \cdot r \cdot d}$$

mit P = Bruchlast
r = Durchmesser der Probe
d = Dicke der Probe

Die bisher vorliegenden Erfahrungen mit dieser Methode stammen vorwiegend aus Versuchen mit Gesteinen. Dort sind eine ganze Reihe von Einschränkungen notwendig, die sich auf Probengröße und Homogenität des Materials beziehen. Für keramische Materialien dürften derartige Beschränkungen weniger bedeutend sein, so daß Probenradien zwischen 10 mm und 20 mm ausreichen würden. Wesentlich ist, daß die Seiten planparallel geschliffen sind. Kanteneffekte sind im gegebenen Spannungsfeld nicht zu erwarten.

...

Um diese Methode zur Prüfung von Strukturkeramik zu ertüchtigen, wären insbesondere der Lastangriff und die den Bruch auslösenden Faktoren zu untersuchen. Ebenfalls der von verschiedenen Autoren gefundene materialabhängige Vergleichsfaktor zwischen direkt und indirekt ermittelter Zugfestigkeit müßte überprüft werden.

Ein weiterer, vielleicht sogar der wesentliche Aspekt des Versuches, ist in der Spannungsverteilung zu sehen. Dadurch, daß eine Hauptspannung negativ ist, können bei gemischter Druck-Zug-Beanspruchung Mehrachsigsigkeitskriterien experimentell überprüft werden. Auch unter diesem Gesichtspunkt stellt der Scheiben-Druck-Versuch eine sinnvolle Ergänzung zu den bisher beschriebenen Verfahren dar.

...

2. Rißzähigkeit bzw. Bruchwiderstand

Die Beschreibung des Rißausbreitungsverhaltens erfolgt meistens mit Hilfe des Spannungsintensitätsfaktors K_I , der ein Maß für die Spannungsüberhöhung an der Rißspitze bei Modus I-Belastung ist, was bedeutet, daß die Spannung senkrecht zur Rißfläche angreift. Das reale Verhalten kann durch idealisierte Vorstellungen mehr oder weniger gut angenähert werden. Vereinfachend kann man davon ausgehen, daß Rißverlängerung einsetzt, wenn die Spannung an der Rißspitze und damit K_I einen kritischen Wert überschreitet. Dieser kritische Wert K_{IC} wird Rißzähigkeit oder Bruchwiderstand genannt (MUNZ 1981).

Es gibt zahlreiche Hinweise, daß bei vielen Materialien die Bruchparameter (K_{IC} , K-v-Kurve u. a.) an großen Rissen ermittelt nicht unbedingt auf Bruchverhalten infolge realer Defekte in Bauteilen zu beziehen sind (GEE & MORRELL 1986). Weiterhin zeigen viele Materialien R-Kurven-Verhalten, d. h. der Rißwiderstand nimmt mit der Rißlänge zu (WIENINGER et al. 1986). Aufgrund dieser Feststellungen kann man den Bruchwiderstand nicht als eine Materialkonstante betrachten.

Bei der Bewertung der nachfolgend beschriebenen einzelnen Probentypen müssen folgende Gesichtspunkte beachtet werden:

- a) leichte Herstellung von Proben und Anriß,
- b) leichte Prüfbarkeit,
- c) Ermittlung eines "sinnvollen" K_{IC} -Wertes.

Zahlreiche Untersuchungen haben gezeigt, daß die ermittelten K_{IC} -Werte deutlich von Werkstoff und Methode abhängen. Für einen Werkstoffvergleich schlägt MUNZ (1981) vor, einen K-Wert bei vorgegebener Rißlänge zu bestimmen.

...

2.1 Biegeprobe

Die einfachste Probe zur Ermittlung des K_{IC} ist die gekerbte Biegeprobe. Die 4PB-Geometrie ist vorzuziehen, da insbesondere die Probenausrichtung nicht so kritisch ist. Der K_{IC} wird aus der Bruchkraft P nach folgender Beziehung ermittelt (vergl. Abb. 2.1):

$$K_{IC} = \frac{P}{b \sqrt{d}} \cdot \frac{L-l}{d} \cdot \frac{3 \sqrt{C_1} \sqrt{C_2}}{2(1-C_2)^{3/2}}$$

$$C_1 = 1.9887 - 1.326 \cdot C_2 - \frac{(3.49 - 0.68 \cdot C_2 + 1.35 \cdot C_2^2) C_2 (1-C_2)}{(1 \cdot C_2)^2}$$

$$C_2 = k/d$$

mit P = Bruchlast

L = Abstand der äußeren Lager

l = Abstand der inneren Lager

b = Probenbreite

d = Probendicke

k = Tiefe der Kerbe in Bezug zur Probendicke

Die einfachste Methode der Rißerzeugung ist das Kerben mit dünnen diamantbeschichteten Scheiben oder Drähten. Die Kerbbreiten schwanken zwischen 10 µm im Extremfall und 0,1 mm im Normalfall. Scharfe Risse sind ideal, aber schwer zu erzeugen. Eine Möglichkeit ist die lokale Thermoschockbehandlung an der Spitze einer Kerbe (SIMPSON et al. 1974). In reproduzierbarer Weise kann bei einer steifen Belastungsvorrichtung und geeigneter Kerbgestaltung ein scharfer Anriß erzeugt werden (HÜBNER & STROBL 1977). Entscheidend für die Anwendbarkeit der Biegeproben mit endlichen Kerben zur K_{IC} -Bestimmung ist die Existenz eines kritischen Kerbradius und einer kritischen Kerbbreite, unterhalb deren die gemessenen K_{IC} -Werte unabhängig von der Kerbbreite und gleich dem

K_{IC} -Wert von Proben mit scharfen Anrissen ist. Kritische Kerbradien und -breiten werden in der Literatur diskutiert und scheinen sowohl vom Werkstoff als auch von der Kerbherstellung abhängig zu sein (vgl. MUNZ 1981).

...

2.2 Doppel-Auslegerbalken-Probe

Diese Probe (Abb. 2.2) hat Ähnlichkeit mit der Kompaktprobe, die zur K_{IC} -Bestimmung von metallischen Werkstoffen angewandt wird, nur sind die Hebelarme länger. Ausgehend von einer mechanischen Kerbe wird ein scharfer Anriß entweder über einen Keil oder mittels einer Prüfapparatur erzeugt.

2.3 Doppeltorsionsprobe

Die Doppeltorsionsprobe ist eine rechteckige Platte, die an einem Ende durch 4PB belastet wird (Abb. 2.3). Es werden Rißgeschwindigkeiten an makroskopischen Rissen ermittelt, wobei nur Geschwindigkeiten größer als 10^{-9} m/sec hinreichend genau zu messen sind. Der Riß breitet sich in Längsrichtung der Platte aus. Da die Rißfront unter Umständen leicht gekrümmt ist, kann eine gemischte Modus I/III-Belastung vorliegen. Bei spröden Werkstoffen kann davon ausgegangen werden, daß der Bruch durch den Modus I-Anteil hervorgerufen wird (MUNZ 1981). Die experimentellen Erfahrungen mit dieser Methode werden von NAKAJAMA (1965) zusammengefaßt.

Bei den Doppelauslegerbalkenproben und Doppeltorsionsproben wird im allgemeinen ein natürlicher Anriß erzeugt, dessen Länge schwer reproduzierbar und meßbar ist. Aus diesen Gründen sind beide Probengeometrien für Routinemessungen wenig geeignet.

2.4 Proben mit Spitzkerben

BAKER (1977) schlägt Proben mit Spitzkerben vor, die in den letzten Jahren häufig angewandt werden. Bei diesem Verfahren entsteht ein scharfer Anriß ausgehend von der Spitze der dreieckförmigen Kerbe während des Bruchmechanikversuches. Mögliche Probengeometrien sind in Abb. 2.4 dargestellt. Die Rißzähigkeit läßt sich berechnen nach:

$$K_{IC} = \frac{P}{b \cdot \sqrt{d}} Y_m$$

mit P = Bruchlast
b = Probenbreite
d = Probendicke

wobei Y_m ein von der jeweiligen Probengeometrie bestimmter Faktor ist.

Auch wenn die Kerbenherstellung etwas komplizierter als bei Flachkerben ist, so ist doch von Vorteil, daß keine extrem schmale Kerbe notwendig ist. Da bei dieser Methode die Probengröße von Bedeutung für den ermittelten K_{IC} -Wert ist, muß eine Probengeometrie bei einem Werkstoffvergleich fest vorgegeben werden.

2.5 Proben mit Oberflächenriß

Mittels eines Knoop-Härteeindruckes kann auf einfache Weise ein scharfer Anriß erzeugt werden. Diese Methode findet in der Literatur zahlreiche Anwendungen. Die Entstehung eines Risses durch einen Härteeindruck ist ein komplizierter Vorgang (vgl. LAWN & WILSHAW 1975). An der Rißspitze treten dabei Zugspannungen auf, die für zu geringe K_{IC} -Werte verantwortlich gemacht werden, da bei der K_{IC} -Berechnung von einem spannungsfreien Riß ausgegangen wird. Abhilfe ist denkbar, indem die Oberflächenschicht abgeschliffen oder die Probe gegläht wird (ZIEGLER & MUNZ 1979). Nähere Untersuchungen zeigen, daß durch Abschleifen eine Zunahme des K_{IC} -Wertes zwischen 13 und 80 %, je nach Abtragtiefe, Werkstoff und Belastung eintritt. Durch das Glühen werden jedoch nicht nur Eigenspannungen durch plastische Verformung beseitigt, sondern es kann auch zu Rißausheilung durch Diffusion und einer Veränderung der Mikrostruktur kommen. MUNZ (1981) gibt eine Zusammenfassung der in der Literatur beschriebenen Auswirkungen. Bei den meisten Werkstoffen treten offensichtlich alle drei genannten Effekte kombiniert auf. Genauere Untersuchungen sind erforderlich, um diese Einflüsse zu trennen und eine evtl. optimale Glühtemperatur für jeden Werkstoff zu ermitteln.

Der Vorteil der Methode besteht in der Erzeugung relativ kleiner Risse, die in der Größenordnung realer Risse liegen und somit das tatsächliche Werkstoffverhalten möglicherweise besser beschreiben.

MUSSLER et. al. (1982) untersuchen die Abhängigkeit der Rißzähigkeit von Korngröße und Testverfahren an Aluminiumoxid. Insbesondere weisen sie darauf hin, daß mit zunehmender Korngröße die ermittelten K_{IC} -Werte bei der Eindruck-Anriß-Methode signifikant die an angesägten Proben ermittelten Werte übersteigen. Für eine Korngröße $\leq 10 \mu\text{m}$ tritt dieser Effekt nicht auf.

2.6 Härteeindruck-Methode

Bei der Härteprüfung spröder Materialien treten insbesondere bei der Verwendung des Vickers-Eindringkörpers, ausgehend von den Ecken, Risse auf. Es gibt zahlreiche Untersuchungen, die einen Zusammenhang zwischen dieser Rißbildung und dem Rißwiderstand beschreiben (z. B. LAWN & WILSHAW 1975, NIIHARA 1982) und die Ermittlung des K_{IC} -Wertes aus der Eindruckgröße und dem Radius der Oberflächenrisse darstellen. Dieses Verfahren hat eine Reihe bedeutender Vorteile: es ist einfach und schnell durchzuführen, die Kosten sind gering, die erforderlichen Proben klein.

CHANTIKUL et. al. (1981) vergleichen für verschiedene spröde Materialien konventionell ermittelte K_{IC} -Werte mit K_{IC} -Werten aufgrund von Härteeindruckmessungen. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung. Die auftretenden Schwankungen überschreiten nicht vergleichbare Genauigkeiten.

OSTOJIC & McPHERSON (1987) geben einen Überblick über die Entwicklung, Prinzipien und Begrenzungen der Eindruck-Rißbildungstheorie. Aufgrund ihrer Überlegungen kommen sie zu folgender Beziehung bei der Verwendung des Vickers-Eindringkörpers (vergl. Abb. 2.5):

$$K_{IC} = 0.02473 \cdot E^{1/2} \cdot a \cdot \frac{P^{1/2}}{c^{3/2}}$$

mit E = Elastizitätsmodul
a = Eindruckradius
c = Oberflächenrißlänge
P = Last

Neben dieser Beziehung werden eine Anzahl weiterer in der Literatur genannt, die zum Teil aus unterschiedlichen Modellvorstellungen resultieren und zu verschiedenen K_{IC} -Werten führen können.

...

Folgende Beschränkungen sind zu beachten:

- Die Probendicke sollte mindestens das 10fache der Rißlänge c betragen.
- $P/c^{3/2} = \text{const.}$ ist vorauszusetzen.
- Das Material muß ursprünglich spannungsfrei sein.
- Es muß $c > 2a$ gelten und es dürfen keine Ausbrüche auftreten.
- Das Material muß homogen im Eindruckbereich sein.
- Die Korngröße muß bei polykristallinem Material klein sein in Bezug auf die Eindruckgröße.

Unter Beachtung dieser Bedingungen geben die Autoren eine Genauigkeit von 10 % für die Schätzung der Rißzähigkeit an. Das wäre genauer als bei allen anderen beschriebenen Verfahren. Man darf jedoch auch hier die allgemein für die Härteprüfung geltenden Einschränkungen, z. B. bezüglich der Ausmeßgenauigkeit nicht außer Acht lassen (vgl. Kapitel 5). Bei allen Vorteilen, die diese Methode bietet, sollte jedoch nicht verschwiegen werden, daß sie eine Reihe ungeklärter Fragen aufweist, wie z.B. die Abhängigkeit der Rißausbildung (Half-penny oder Palmquist, vgl. Abb. 2.6) von der Belastung, der Korngröße und dem Werkstoff. ORANGE et al. (1988) schlagen einen Formalismus vor, der diese Schwierigkeiten überwinden soll.

3. Härte

Die verschiedenen in der Literatur gegebenen Definitionen der Härte, die ja keine physikalische Größe im eigentlichen Sinne ist, können folgendermaßen zusammengefaßt werden:

Die Härte wird als Widerstand einer Festkörperoberfläche gegen das Eindringen eines in Form und Größe normierten Körpers verstanden. Sie wird entweder dimensionslos oder mit der Einheit einer Festigkeit angegeben. Sie steht in einer material-spezifischen Beziehung zur Fließspannung.

Bei den traditionellen Härte-Eindruck-Methoden werden die Körper nach:

- Vickers (quadratische Pyramide, 136° Öffnungswinkel),
 - Knoop (rhombische Pyramide, Achsenverhältnis 1 : 7, $172,5^\circ$ bzw. 130° Öffnungswinkel),
 - Rockwell (sphärischer Konus, Öffnungswinkel 120° , Radius an der Spitze 0,2 mm),
 - Brinell (Kugel mit unterschiedlichem Radius),
- bevorzugt genutzt. Prinzipiell können alle diese Verfahren auch für keramische Hochleistungswerkstoffe zur Anwendung kommen.

Obwohl der Härtetest einfach in Design und Durchführung ist, ist das produzierte Spannungsfeld äußerst kompliziert und befriedigende Beschreibungen liegen nicht vor. Die bisher vorgestellten Ansätze widersprechen sich zum Teil. Generell läßt sich jedoch sagen, daß der erzeugte Spannungszustand eine bedeutende hydrostatische Komponente enthält. Ein wesentlicher Unterschied zwischen keramischen und metallischen Materialien sind die verschiedenen Bindungsarten und die daraus resultierenden Aktivierungsenergien. Dies führt bei Keramik zu Beginn eines Eindruckes zur Rißbildung, die bei abnehmender Spannung im Laufe des Versuchs durch Prozesse plastischer Verformung abgelöst wird. Dies wird durch Beobachtung von Gleitlinien in unmittelbarer Nähe des Eindruckes belegt (u. a. NIIHARA 1979, KOLLENBERG 1988).

...

In diesem Zusammenhang ist es notwendig, zwischen Plastizität im eigentlichen Sinne und Mikroplastizität zu unterscheiden. Letztere setzt u. a. nicht die Existenz von fünf unabhängigen Gleitmechanismen voraus, da die Prozesse an einer freien Oberfläche stattfinden.

RICE (1973) vergleicht die Härte mit anderen mechanischen Eigenschaften bei Keramik und kommt dabei zu dem Schluß, daß sie ebenso wie bei Metallen als ein Maß der Fließspannung angesehen werden kann.

Härte kann ein wichtiges Maß für Keramik sein, etwa bei abrasivem Verschleiß. Dies setzt jedoch eine befriedigende Beschreibung der induzierten Spannung und eine umfassende Bearbeitung des Konzepts der Mikroplastizität voraus.

Das Mikrogefüge einer Keramik, beeinflußt von Eigenschaften wie Porosität, Korngröße, -form und -grenze, spielt eine wesentliche Rolle bei der Bestimmung der Härte. Zum einen, weil in einem Ausschnitt von weniger als zehn Korngrößen ein Material in jedem Fall als heterogen zu beschreiben ist, zum anderen erschwert das Mikrogefüge unter Umständen das Ausmessen der Eindrücke. Ferner ist die signifikante Anisotropie der meisten keramischen Kristallite von Bedeutung. Sie führt u. a. zu einer hohen Streuung der Meßwerte, so daß also auf jeden Fall eine größere Anzahl von Messungen erforderlich wird. Insbesondere bei der Knoop-Härte-Messung muß die Richtung variiert werden, um mögliche Anisotropieeffekte der Probe zu erfassen.

Im folgenden sollen die verschiedenen Härteeindruckverfahren und zu bestehende Normen vor diesem Hintergrund diskutiert werden, wobei die wichtigsten Fehlerquellen allgemein gültig sind (CLINTON & MORRELL 1987):

- Unkorrekte Kalibrierung der optischen Vergrößerung,
- Grenzen der optischen Auflösung,
- Grenzen von Kontrast und Ausleuchtung,
- Abweichung des Eindruckkörpers von der idealen Geometrie,
- Unzulänglichkeiten des Bedienungspersonals.

Auf die Schwierigkeiten der Probenpräparation soll an dieser Stelle nicht eingegangen werden.

Insbesondere im Hinblick auf die Mikrohärtigkeit (Last kleiner 10 N) sind die auftretenden Fehler in ihrer Größe kritisch und führen häufig, auch unter Einhaltung bestehender Normen, zu keinen reproduzierbaren Werten.

3.1 Vickers-Härte

Das Prüfverfahren wird in der DIN 50133 (Prüfung metallischer Werkstoffe; Härteprüfung nach Vickers; Bereich HV 0.2 bis HV 100) wie folgt beschrieben:

Ein Eindringkörper aus Diamant in Form einer geraden Pyramide mit quadratischer Grundfläche und einem Winkel von 136° zwischen gegenüberliegenden Flächen wird in die Oberfläche einer Probe eingedrückt und die Diagonalen d_1 und d_2 des Eindrucks der in der Oberfläche nach Wegnahme der Prüfkraft F zurückbleibt, gemessen. Die Vickershärte (HV) ist proportional dem Quotienten aus der Prüfkraft (F) und der Oberfläche des Eindrucks, der als gerade Pyramide mit quadratischer Grundfläche und gleichem Winkel wie der Eindringkörper angenommen wird:

$$HV = c \sin\left(\frac{136}{2}\right) \frac{2F}{d^2} \quad \frac{N}{\text{mm}^2}$$

$$\text{mit } c = \frac{1}{g_n} = \frac{1}{9.80665} \approx 0.102$$

Die Konstante c wurde mit der SI-Einheit N eingeführt, um zahlenmäßig gleiche Härtewerte im Vergleich zur früher üblichen Angabe der Prüflast in kp zu gewährleisten.

Inzwischen findet man auch die Härte mit der Einheit GPa ohne Verwendung des Korrekturfaktors c in der Literatur. Bei einer Überarbeitung der DIN-Vorschrift sollte auch hier eine Vereinheitlichung erfolgen.

Die Einwirkdauer soll 10 s bis 15 s betragen, bzw. ebenfalls gesondert vermerkt werden.

Bei der Prüfung von Strukturkeramik erweist sich die Wahl der Prüflast als besonders schwierig, da es gilt, einen Mittelweg zwischen möglichst großem, d. h. gut vermeßbaren und möglichst

...

rißfreiem Eindruck zu finden. Rißfreiheit ist kaum möglich, aber Ausbrüche müssen in jedem Fall vermieden werden. Für eine Standardisierung dieses Verfahrens für keramische Werkstoffe wären vorrangig folgende Untersuchungen notwendig:

- Auswirkung der Einwirkdauer insbesondere im Hinblick auf Härtemessungen bei höheren Temperaturen
- Automatische Auswertung durch Tiefenverfolgung während des Eindringvorgangs und Vergleich mit konventionell ermittelten Härtewerten.

3.2 Knoop-Härte

Das Verfahren ist in DIN 52333 (Prüfung von Glas; Härteprüfung nach Knoop) wie folgt beschrieben:

Der Eindringkörper nach Knoop hat die Form einer rhombischen Pyramide aus Diamant. Die gegenüberliegenden Kanten schließen Winkel von 130° bzw. $172,5^\circ$ ein. Die Knoop-Härte (HK) ist proportional dem Quotienten aus der Prüfkraft (F) und der Projektion der Oberfläche des bleibenden Eindrucks. Dieser wird als gerade Pyramide mit gleichen Flächenwinkeln wie der Eindringkörper angesehen. Vermessen wird die lange Diagonale (d). Es gilt

$$HK = 0.102 \frac{F}{d^2 \cdot 0,5 \left(\cot \left(\frac{172.5}{2} \right) \cdot \tan \left(\frac{130}{2} \right) \right)}$$

Die Einwirkdauer der Prüfkraft ist mit 30 s festgelegt.

Diese Norm könnte für Strukturkeramik übernommen werden. Dabei bliebe das Problem des geringen Kontrastes, das das Ausmessen erschwert, ebenso wie bei Glas bestehen. Auch hier wäre an eine Abhilfe durch automatische Verfahren zu denken.

Aufgrund möglicher Anisotropie-Effekte sind Knoop-Härten nur in Verbindungen mit Richtungsangaben sinnvoll. Eine allgemeine Beschreibung würde z. B. 18 Meßwerte mit jeweils 10° Probenrotation voraussetzen, wobei jeder Meßwert der Mittelwert aus mehreren Einzelmessungen sein sollte.

3.3 Rockwell- und Brinell-Härte

Für beide Verfahren liegen Normen zur Prüfung metallischer Werkstoffe vor (DIN 50103 - Härteprüfung nach Rockwell - und DIN 50351 - Härteprüfung nach Brinell -), die aber in keiner Form auf keramische Werkstoffe übertragbar sind. Es wäre eher zu überlegen, wie die Vorteile dieser Verfahren, nämlich das Fehlen von Kanten und die damit verbundenen Spannungsmaxima an den Eindruckecken zu nutzen und die Nachteile, nämlich die schwierige Auswertung der kreisförmigen Eindrücke, zu umgehen sind. Die Verwendung von Kugeln aus gehärtetem Stahl oder Hartmetall (BRINELL) erscheinen ungeeignet. Sinnvoll könnte die Verwendung eines Kegels aus Diamant mit gerundeter Spitze sein. Allerdings liegen hierzu kaum Untersuchungen vor. Auch hier wären Überlegungen, wie in 3.1 beschrieben, notwendig.

4. Thermische Eigenschaften

Sowohl bei der Herstellung als auch beim Einsatz spielen die thermischen Eigenschaften keramischer Werkstoffe eine wesentliche Rolle. So ist die geringe Wärmeleitfähigkeit der Strukturkeramiken für viele Bauteile z. B. im Motorenbereich der entscheidende Vorteil gegenüber anderen Werkstoffen. Andererseits führt die geringe Wärmeausdehnung aber zu enormen Problemen im Bereich der Fügechnik Keramik-Metall. Schon anhand dieser Hinweise wird deutlich, daß die Kenntnis thermischer Eigenschaften für den Konstrukteur ebenso bedeutend ist, wie das Wissen um mechanisches Verhalten. Die Größen, die hier betrachtet werden, sind die Wärmedehnung α und die Wärmeleitfähigkeit λ .

4.1 Wärmedehnung

Im allgemeinen dehnt sich jeder Körper mit steigender Temperatur aus. Ursache dafür sind die anharmonischen Schwingungen der Atome, die zu einer Vergrößerung ihres Abstandes im Festkörper und damit zu einer Ausdehnung führen. Hat ein Körper bei der Temperatur T_0 die Länge l_0 , dann beträgt diese bei der Temperatur T

$$l_T = l_0 (1 + \alpha (T - T_0))$$

mit α als Längenausdehnungskoeffizient

$$\alpha = \frac{1}{l_0} \cdot \frac{\Delta l}{\Delta T}$$

Für eine bestimmte Temperatur läßt sich α_T aus der Steigung der Ausdehnungskurve bestimmen:

$$\alpha_T = \frac{1}{l} \cdot \frac{dl}{dT}$$

Für die Volumenausdehnung gilt:

$$\beta = \frac{1}{V_0} \cdot \frac{\Delta V}{\Delta T}$$

Für kubische Kristalle gilt $\beta = 3\alpha$, in anderen Symmetrien kommt es zu geringen Abweichungen. Die Wärmeausdehnung läßt sich aufgrund der Grüneisenbeziehung auf thermische Daten zurückführen:

$$\beta = \gamma \frac{\alpha}{V} \cdot C_V$$

mit α = Kompressibilität, C_V = Molwärme, V = Molvolumen und γ = Grüneisenparameter, der ein Maß der anharmonischen Wechselwirkung ist.

Es sind auch Strukturen bekannt, bei denen es zu negativen Ausdehnungen kommt. Hier sei der Hochquarz und der Eukryptit ($\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) erwähnt. Letzterer zeigt eine starke Anisotropie in seinem Ausdehnungsverhalten: senkrecht zur c-Achse $+ 8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ parallel zur c-Achse $- 16 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (SALMANG & SCHOLZE 1982).

Die Wärmedehnung eines Materials kann von folgenden Parametern beeinflusst werden (KIRBY 1969):

- chemische Zusammensetzung,
- kristalline und amorphe Phasen,
- Anteil und Größe der Phasen,
- Orientierung anisotroper Körner,
- Eigenspannungen,
- Rißbildung,
- Ausbildung von Punkteffekten,
- Oberflächenchemie.

Dagegen werden üblicherweise vernachlässigt:

- Dichte,
- Korngröße,
- Porosität,
- Stöchiometrie der Körner,
- Verunreinigungen ($< 1 \%$),
- Versetzungen, Korngrenzen,
- Topographie der Oberfläche.

Inwiefern aber diesen Parameter im Einzelfall eine Bedeutung zukommt, müßte detaillierter untersucht werden. Insgesamt scheinen die verschiedenen keramischen Werkstoffe kein einheitliches Bild zu ergeben. Zur Messung der Wärmedehnung werden in der Literatur hauptsächlich das Dilatometer und das Röntgendiffraktometer genannt.

Das Quarzglas-Dilatometer findet vor allem im Temperaturbereich 100 bis 1200 K Anwendung. Vereinfacht dargestellt verursacht bei diesem Verfahren die Wärmedehnung einer Probe die Verschiebung eines Quarzglasstabes, die wiederum am anderen Ende des Stabes

registriert wird. Die Genauigkeit der Messung kann bis zu 0,1 ppm betragen. Die Hauptfehlerquelle bei der Dilatometeranwendung ist in der Temperaturmessung zu suchen bzw. darin sicherzustellen, daß die gemessene Temperatur mit der Proben temperatur übereinstimmt. Für Prüftemperaturen oberhalb 1200 K kann ein Dilatometer aus Korund, SiC oder vergleichbare Materialien hergestellt werden. Das Verfahren ist in der DIN 52328 (Prüfung von Glas; Bestimmung des mittleren thermischen Längenausdehnungskoeffizienten) und in der DIN 51045 Teil 1 (Bestimmung der Längenänderung fester Körper unter Wärmeeinwirkung; Grundlagen) beschrieben.

Die Röntgendiffraktometer-Methode weist eine Reihe von Vorteilen gegenüber dem Dilatometer-Verfahren auf. So wird nur eine kleine Probenmenge benötigt und Anisotropieeffekte können für einzelne kristallographische Richtungen aufgeschlüsselt werden. Bei mehrphasigen Systemen können auch die einzelnen Ausdehnungen unterschieden werden. Auch bei diesem Verfahren besteht die Hauptschwierigkeit in der Sicherstellung der Temperatur auf der Probenoberfläche. KIRBY (1969) schlägt, so weit möglich, einen internen Standard mit bekannter Ausdehnung zur Temperaturermittlung vor.

4.2 Wärmeleitfähigkeit

Liegt in einem Medium ein Temperaturgefälle dT/dx vor, dann fließt in der Zeit t senkrecht zur Fläche A die Wärmemenge Q :

$$\frac{Q}{t} = \lambda \cdot A \frac{dT}{dx}$$

wobei der Proportionalitätsfaktor λ die Wärmeleitfähigkeit darstellt. Die Einheit für λ ist $W/(m \cdot K)$. Der dargestellte Zusammenhang definiert die Wärmeleitfähigkeit als einen Diffusionsprozeß. Die thermische Energie diffundiert durch das Material. Über die Betrachtung der Gitterwellen als Phononen kommt man zu der Gleichung:

$$\lambda = \frac{1}{3} \cdot c \cdot v_p \cdot l_p$$

mit c = spezifische Wärme, v_p = Geschwindigkeit der Phononen, l_p = mittlere freie Weglänge. Mit Hilfe dieser Gleichung ist es möglich, die Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit zu erklären. Für 0 K gilt $\lambda = 0$. Zunächst steigt λ proportional T^3 an, bei höheren Temperaturen läßt der Einfluß von c jedoch nach, da die spezifische Wärme dann nahezu konstant wird. Dieser Temperaturbereich ist für die Praxis interessant. Theoretische Überlegungen haben ergeben, daß die Dichte der Phononen mit steigender Temperatur zunimmt, wodurch die Wellenlänge l abnimmt und λ proportional $\frac{1}{T}$ wird. Daraus ergibt sich der in Abb. 4.1 dargestellte generelle Verlauf der Wärmeleitfähigkeit, in dem das Maximum z. B. für MgO bei 40 K liegt (SALMANG & SCHOLZE 1982).

Aus Abb. 4.2 ist zu erkennen, daß für einige Werkstoffe, z. B. Al_2O_3 die Wärmeleitfähigkeit bei hohen Temperaturen wieder ansteigt, was durch den beginnenden Strahlungseinfluß bedingt ist.

KINGERY (1962) gibt für l_p bei Raumtemperatur eine Größenordnung von 5 nm an. Der kleinstmögliche Wert von l_p ist die Gitterdimension, d. h. bei einer gewissen hohen Temperatur (ca. 1000 K)

wird λ unabhängig von der Temperatur sein. Ferner wird l_p durch Fehlstellen beschränkt. Hohe Fehlstellenkonzentrationen führen also zu geringen λ -Werten, was z. B. im stabilisierten ZrO_2 der Fall ist.

Die verschiedenen Gefügeeinflüsse haben LeDOUSSAL & BISSON (1980) zusammengestellt. Von besonderer Bedeutung ist die Porosität auf die Wärmeleitfähigkeit. Einerseits nimmt λ mit steigender Porosität linear ab, andererseits kann aber auch, insbesondere bei hohen Temperaturen die Wärmestrahlung durch die Porosität begünstigt werden (SALMANG & SCHOLZE 1982).

Aus der Wärmeleitfähigkeit kann die Temperaturleitfähigkeit a ermittelt werden, die die Geschwindigkeit des Temperatúrausgleichs bestimmt:

$$a = \lambda / (c_p \cdot \varrho)$$

mit c_p = spezifische Wärme und ϱ = Dichte; a hat die Einheit m^2/s .

Zur experimentellen Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit sind zwei verschiedene Wege möglich: die stationären Verfahren, bei denen direkt ermittelt wird, die instationären, bei denen a gemessen wird und λ unter Zuhilfenahme der spezifischen Eigenschaften berechnet werden kann. Die gängigen Meßmethoden sind Longitudinalfluß (stationär) und Laser-Puls (instationär).

Der DKG-AK "Thermophysik" führt einen Ringversuch zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit von HPSiC durch (BRANDT & SCHULZ 1986). Es wurden zwei Chargen untersucht, bei denen als Herstellungsparameter die Haltezeit (0,15 Min. bzw. 150 Min.) variiert wurde. Dadurch wurde jedoch anders als erwartet nicht ein Materialparameter (Korngröße), sondern gleichzeitig mehrere Eigenschaften verändert. Die starke Streuung der gemessenen Wärmeleitfähigkeitswerte (Abb. 4.3) beider Chargen ist sowohl auf die Streuung des Probenmaterials, als auch auf die Meßunsicherheiten zurückzuführen. So stellt sich das Ergebnis dieses Ringversuches höchst unbefriedigend dar.

5. Diskussion

Wie eingangs bereits dargestellt, sollte mit dieser Studie der Versuch unternommen werden, die für die Normung eines Teils der Prüfverfahren an keramischen Hochleistungswerkstoffen notwendigen Grundlagen zusammenzustellen. Bei den zu prüfenden Eigenschaften, die hier diskutiert wurden, handelte es sich um solche, für die aus Anwender-Hersteller-Sicht prioritär Prüfnormen zu erarbeiten sind. Solange keramische Werkstoffe in ihren Eigenschaftskenndaten nicht zuverlässig, reproduzierbar und einheitlich charakterisiert werden können, ist ihre breite Nutzung und industrielle Anwendung nicht möglich.

Die Diskussion der verschiedenen Prüfverfahren hat gezeigt, daß sie sehr unterschiedliche Niveaus hinsichtlich einer möglichen Normierung erreicht haben. So ist der 4-Punkt-Biegetest sicherlich weitestgehend ausgereift, so daß in kurzer Zeit eine Norm erarbeitet werden kann. Für die Härteprüfung und die Bestimmung thermischer Eigenschaften kann auf bestehende Normen zurückgegriffen werden, die entsprechend überarbeitet werden müßten. Dagegen ist die Zugprüfung und die Bestimmung der Rißzähigkeit noch in der wissenschaftlich-technischen Entwicklung. Hier fehlen noch grundlegende Untersuchungen. Bei der Zugprüfung wäre eine vergleichende Prüfung mit verschiedenen Probengeometrien und Probenhalterungen wichtig sowie die Entwicklung eines kostengünstigeren Verfahrens, um die für statistisch abgesicherte Aussagen notwendige Datenmenge zur Verfügung stellen zu können. Zur Bestimmung der Rißzähigkeit werden heute verschiedene Verfahren angewandt, die alle den K_{IC} -Wert angeben sollen. Dabei kommt es jedoch zu erheblichen verfahrensbedingten und werkstoffabhängigen Unterschieden. Bei der Bestimmung des K_{IC} mittels der Härteeindruckmethode werden sogar unterschiedliche Formeln in der Literatur benutzt, die auch wiederum zu unterschiedlichen Resultaten führen. Hier wäre eine vergleichende Betrachtung der verschiedenen Prüfverfahren erforderlich mit dem Ziel, eine oder zwei Methoden zur Normierbarkeit zu entwickeln.

...

Prüfung und Charakterisierung von Werkstoffen ist kein Selbstzweck und keine wissenschaftliche Disziplin um ihrer selbst willen. Prüfen und Charakterisieren ist immer an einer Anforderung gebunden, an einen Zweck der Untersuchung. Generell lassen sich drei Aspekte unterscheiden, die unter dem Oberbegriff Prüfen zusammenfallen:

- Materialentwicklung,
- Qualitätskontrolle,
- Bauteilauslegung.

Bei der Materialentwicklung wird zunächst das wesentliche Gewicht auf der Erfassung von Eigenschaftsverbesserungen gelegt. Dazu sind sicherlich nicht unbedingt genormte Prüfverfahren notwendig, da diese Untersuchungen meist intern durchgeführt werden. Hat ein Werkstoff eine Qualität erreicht, mit der er zur Anwendung gebracht werden soll, so ist dann jedoch seine Charakterisierung nach einheitlichen und reproduzierbaren Verfahren notwendig.

Im Rahmen der Qualitätskontrolle kommen in erster Linie zerstörungsfreie Prüfverfahren in Frage. Auf diese ist im Rahmen der vorliegenden Studie nicht eingegangen worden, da die zerstörungsfreie Prüfung keramischer Hochleistungswerkstoffe sich noch in einem sehr frühen Entwicklungsstadium befindet.

Die Anwendung bzw. zunächst die Bauteilauslegung muß auf gesicherten Daten basieren. Hier sind normierte Prüfverfahren unabdingbar. Es stellt sich jedoch die Frage, welche Eigenschaftskennwerte bzw. Prüfmethoden für welche Anwendungen bzw. welches Bauteil repräsentativ sind. Hier eröffnet sich ein weites Feld zukünftig notwendiger F+E-Anstrengungen, das mit dem Stichwort "Bauteilgerechtes Prüfen" umschrieben werden soll. Denn wenn, wie gesagt, Prüfen kein Selbstzweck ist, so muß auch der Konstrukteur in die Diskussion einbezogen werden. Es ist durchaus denkbar, daß neue, noch zu entwickelnde Prüfmethoden, zu für den Konstrukteur wesentlich aussagekräftigeren Daten führen. Die zahlreichen Diskussionen über "Keramikgerechtes Konstruieren" haben bereits gezeigt, daß eine Auslegung keramischer Komponenten weitergehen-

dere Eigenschaftskennwerte voraussetzt als die Konstruktion metallischer Bauteile. Insbesondere stellt das Langzeitverhalten und die Bestimmung der die Lebensdauer beschränkenden Eigenschaften bei keramischen Komponenten eine entscheidende Herausforderung dar. Die dazu notwendige Entwicklung von Lebensdauervorhersagemodellen setzt einerseits entsprechend gesicherte Daten voraus, kann aber andererseits zu Forderungen nach neuen Prüfmethoden führen, da die zur Zeit zur Verfügung stehenden Verfahren entsprechende Aussagen nicht oder nur stark eingeschränkt erlauben. Die gängigen Prüfverfahren beruhen in der Regel auf statischen und einachsialen Belastungen. Erst in jüngster Zeit wird sowohl der zyklischen Belastung und der damit verbundenen Ermüdung als auch der Prüfung unter mehrachsialer Belastung eine gewisse Aufmerksamkeit geschenkt.

Prüfung und Charakterisierung keramischer Hochleistungswerkstoffe stellen einen zentralen Aspekt aller auf dieses Material ausgerichteten F+E-Anstrengungen dar. Gerade wegen dieser Bedeutung sollte "Prüfen" niemals isoliert von der Werkstoffherstellung, seiner Anwendung und dem konstruktiven Umgang bearbeitet werden, sondern stets in enger Zusammenarbeit der entsprechenden Arbeitsgruppen. Für die notwendigen Entwicklungen auf dem Gebiet des "Bauteilgerechten Prüfens" ist eine interdisziplinäre Zusammenarbeit in einem Rahmen notwendig, der kreative und wissenschaftlich/technische risikoreiche Arbeiten ermöglicht.

Für die zahlreichen Anregungen und Diskussionen, die zur Realisierung dieser Studie beigetragen haben, danke ich den Herren Dr. R. Neumann und Dr. E. Seitz, PLR-KFA Jülich.

Herrn Prof. D. Munz, IKM-Uni Karlsruhe, danke ich für die kritische Durchsicht des Manuskriptes und seine hilfreichen Anmerkungen.

Für die sorgfältige Niederschrift des Manuskriptes gilt mein besonderer Dank Frau U. Vollberg, PLR-KFA Jülich.

Literaturverzeichnis

Literaturverzeichnis

- DIN 50 103 (1984). Prüfung metallischer Werkstoffe, Härteprüfung nach Rockwell
- DIN 50 133 (1985). Prüfung metallischer Werkstoffe, Härteprüfung nach Vickers, Bereich HV 0,2 bis HV 100
- DIN 50 351 (1985). Prüfung metallischer Werkstoffe, Härteprüfung nach Brinell
- DIN 51 045 (1976). Bestimmung der Längenänderung fester Körper unter Wärmeeinwirkung
- DIN 52 292 (1984). Prüfung von Glas und Glaskeramik, Bestimmung der Biegefestigkeit, Doppelring-Biegeversuch an plattenförmigen Proben mit kleinen Prüfflächen
- DIN 52 303 (1984). Prüfung von Flachglas im Bauwesen, Bestimmung der Biegefestigkeit, Prüfung bei zweiseitiger Auflagerung
- DIN 52 328 (1985). Prüfung von Glas, Bestimmung des mittleren thermischen Längenausdehnungskoeffizienten
- DIN 52 333 (1978). Prüfung von Glas, Härteprüfung nach Knoop
- DVS-Merkblatt 3101 (1984). Mechanische Prüfung von Keramik-Metall-Verbindungen
- MIL-STD (proposed) (1982). Flexural strength of high performance ceramics at ambient temperature. Dept. of the Army, Washington, USA

Almond, E.A. (1982). Towards improved tests based on fundamental properties, Met. Soc. London, 161 - 169

Amoral, I.E. & Pollock, C.N. (1988). Machine design requirements for uniaxial testing of ceramic materials, Int. Conf. "Mechanical testing of engineering ceramics at high temperatures", London 11. - 12.04.1988

- Baratta, I.I. (1982). Requirements for flexure testing of brittle materials, AMMRC TR 82 - 20, Watertown, Massachusetts 02172
- Barker, L.M. (1977). A simplified method for measuring plane strain fracture toughness, Engng. Fract. Mech. 9, 361 - 369
- Brandt, R. & Schulz, B. (Hrsg.) (1966), Charakterisierung und Wärmeleitfähigkeit von heißgepreßtem Siliziumkarbid. DKG - Fachausschußbericht Nr. 25, 61S.
- Bunge, H.-J. (1984). Neuere Entwicklungen auf dem Texturgebiet, Zt. Metallkunde 75, 97 - 112
- Clinton, D.J. & Morrell, R. (1987). Hardness testing of ceramic materials, Materials Chemistry + Physics, in press
- Davies, C.K.L. & Sinharay, S.K. (1971). A simple apparatus for carrying out tensile creep tests on brittle materials up to temperatures of 1750 °C, Jl. Physics E.: Scientific Instr. 4, 421 - 424
- Evans, J.R.G. & Stevens, R. (1984). The 'C'-ring-test for the strength of brittle materials, Br. Ceram. Trans. Jl. 83, 14 - 18
- Gebhard, W. (1979). Warmzug- und Zug-Kriechversuche an reaktionsgesintertem Siliziumnitrid, Z. Werkstofftechnik 10, 113 - 119
- Gee, M.G. & Morrell, R. (1986). Fracture mechanics and microstructures, in Bradt & Evans (ed.) Fracture mechanics of ceramics 8, Plenum Press - New York, 1 - 22
- Giovan, M.N. & Sines, G. (1979). Biaxial and uniaxial data for statistical comparisons of a ceramic's strength, Jl. Amer. Ceram. Soc. 62, 510 - 519
- Govila, R.K. (1982). Uniaxial tensile and flexural stress rupture strength of hot pressed Si₃N₄, Jl. Amer. Ceram. Soc. 65, 15 - 21

- Hoagland, R.G., Maschall, C.W., Duckworth, W.H. (1976). Reduction of errors in ceramic bend tests, J1. Amer. Ceram Soc. 59, 189 - 192
- Hübner, H. & Strobl, W. (1977). Anwendbarkeit bruchmechanischer Verfahren auf keramische Werkstoffe, Ber. Dt. Keram. Ges. 54, 401 - 404
- Kingery, W.D. (1962). The thermal conductivity of ceramic dielectrics in: Burke, J.E. (Hrsg.): Progress in ceramic science, Oxford, London: Pergamon Press, Vol. 2, 182 - 235
- Kirby, R.K. (1969). Thermal Expansion of Ceramics, in: Wachtman, J.B. (ed.) Mechanical and thermal properties of ceramics, National Bureau of Standards, Special Publication 303, 41 - 61
- Kollenberg, W. (1988). Plastic deformation of Al_2O_3 single crystals by indentation at temperatures up to 750 °C, J1. of Mat. Sci. 23 (in press)
- Lawn, B.R. & Wilshaw, R. (1975). Indentation fracture: principles and application, J1. Mat. Sci 10, 1049 - 1081
- LeDoussal, H. & Bisson, G. (1980). Influence de la micro et de la macrostructure sur les caractéristiques intrinsèques d'isolation thermique des matériaux réfractaires isolants, Bull. Soc. Franc. Ceram. 127, 3 - 29
- Lindner, H.A. (1987). Bestimmung der Festigkeit keramischer Bauteile aus den mechanischen Daten des Werkstoffes, cfi/Ber. DKG 64, 74 - 79 + 156 - 159
- Liu, K.C. (1988). Uniaxial tensile strain measurement for ceramic testing at elevated temperature - requirements, problems and solutions, Int. Conf. "Mechanical testing of engineering ceramics at high temperatures", London 11. - 12.04.1988

- Mellor, M. & Hawkes, I. (1971). Measurement of tensile strength by diametral compression of disk and annuli, Eng. Geol. 5, 173 - 225
- Mordfin, L. & Kerper, M.J. (1969). Strength testing of ceramics - a survey, in: Wachtman, J.B. (ed.), Mechanical and thermal properties of ceramics, National Bureau of Standards, Special Publication 303, 243 - 262
- Morell, R. (1972). A tensile creep-testing apparatus for ceramic materials using simple knife-edge universal joints, Jl. Physics E.: Scientific Instruments 5, 465 - 467
- Morrell, R. (1987). A review of progress towards standards for engineering ceramics, NPL Report DMA (c) 50, Teddington, UK
- Munz, D. (Hrsg.) (1981). Bruchverhalten keramischer Werkstoffe-Methoden und Ergebnisses, Fortschr.-Ber. VDI-Z., Reihe 18 Nr. 11, 199S.
- Nakajama, J. (1965). Direct measurement of fracture energies of brittle heterogeneous materials, Jl. Amer. Ceram. Soc. 48, 583 - 587
- Niihara, K. (1979). Slip systems and plastic deformation of silicon carbide single crystals at high temperatures, Jl. Less-Common Metals 65, 155 - 166
- Nilsson, I. & Mattsson, B. (1986). A new test method for ceramic materials, in: W. Bunk und H. Hausner (Hrsg.): Ceramic Materials and Components for Engines, Proc. Sec. Int. Symp., Travemunde, 651 - 656
- Ohji, T. (1988). Towards routine tensile testing, Int. Conf. "Mechanical testing of engineering ceramics at high temperatures", London, 11. - 12.04.1988
- Orange, G., Liang, K.M. & Fantozzi, G. (1988). Crack resistance and fracture toughness of alumina and zirconia ceramics: comparison of notched-beam and indentation techniques, in Taylor (ed.), Science of ceramics 14, Institute of Ceramics - Shelton, UK, 709 - 714

- Ostojic, P. & McPherson, R. (1987). A review of indentation fracture theory: its development, principles and limitations, Int. Jl. Fracture 33, 297 - 312
- Pears, C.D. (1963). Evaluation of tensile data for brittle materials strained with gas bearing concentricity, ASD - TDR - 63 - 245
- Petroski, H.J. & Ojdrovic, R.P. (1987). The concrete cylinder: stress analysis and failure modes, Int. Jl. Fracture 34, 263 - 279
- Popp, G. & Heider, W. (1983). Der C-Ring-Test, ein Prüfverfahren für keramische Rohre aus SiSiC, Qualität und Zuverlässigkeit 28, 289 - 320
- Rice, R.W. (1979). Correlation of hardness with mechanical effects in ceramics, in: Westbrook, J.H. + Conrad, H. (eds.): The Science of hardness testing and its research applications, Amer. Soc. for Metals, 117 - 134
- Salmang, H. & Scholze, H. (1982). Keramik, Teil 1: Allgemeine Grundlagen und wichtige Eigenschaften, Springer Verlag (Berlin - Heidelberg - New York), 308S., 145 Abb., 48 Tab.
- Seshadri, s.G. & Chia, K.-Y. (1987), Tensile testing of ceramics, J. Am. Ceram. Soc. 70, C-242-C-244
- Shaw, M.C. Braiden, P.M., DeSalvo, G.I. (1975). The disk test for brittle materials, Jl. of Engineering for Industry, 77 - 87
- Simpson, L.A., Hsu, T.R., Merrett, G. (1974). The application of the single-edge notched beam to fracture toughness testing of ceramics, J. Test. Eval. 2, 503 - 509
- Spriggs, R.M., Brisette, L.A. & Vasilos, T. (1964). Tensile strengths of dense polycrystalline ceramics by the diametral-compression test, Material Research and Standards 4, 219-220

- Weiler, L. (1988). Cylinder-segment bend test, a new strength measuring technique for ceramic tubes and cylinders, in Taylor (ed.) Science of Ceramics 14, Institute of Ceramics - Shelton, UK, 621 - 625
- Wieninger, H. , Kromp, K. & Pabst, R.F. (1986). Crack resistance curves of alumina and zirconia at room temperatures, J1. Mater. Sci. 21, 411 - 418
- Ziegler, G. & Munz, D. (1979). Bruchwiderstandsmessungen an Al_2O_3 und Si_3N_4 mit Knoop-Härteeindruck-Technik, Ber. Dt. Keram. Ges. 56, 128 - 131

Tabellen

Tabelle 1 Einschränkungen standardisierter Testverfahren für metallische Werkstoffe hinsichtlich ihrer Anwendbarkeit für keramische Werkstoffe (nach MORRELL 1987)

| <u>Eigenschaft</u> | <u>Testmethode</u> | <u>Einschränkung</u> |
|--------------------------|--|--|
| Festigkeit | Zug- oder Biegeversuch | Bedingungen der Oberflächenbearbeitung können nicht adäquat definiert werden. Keine unbedingte Extrapolationsmöglichkeit auf Bauteile. Verfahren ist schwierig für Raum- und Hochtemperaturversuche gleichermaßen zu optimieren. Zugversuche sind schwierig. |
| | | |
| Elastische Eigenschaften | Dauerbelastung von Stäbchen | Erfordert sorgfältige Probenpräparation; begrenzte Genauigkeit; nur E-Modul. |
| | Resonanzmethode | Nur für isotropes Material. |
| | Ultraschallmethode | |
| Rißzähigkeit | Große Risse in Scheiben oder Stäben | Erzeugt nicht unbedingt kleine Risse; kann R-Kurven-Effekte geben. |
| | Eindruckrisse | Große Streuung. Beträchtliche Fehler in der Berechnungsmethode möglich. |
| Schlagzähigkeit | Schlagbiege- oder Pendelhammerversuch | Nicht angemessen - es wird eher eine Hochgeschwindigkeitsfestigkeit geprüft. Einige geometrische Unsicherheiten. |
| Verzögertes Versagen | statische Belastung | Es wird noch ein Verfahren gesucht, die Streuung der Ergebnisse zu begrenzen. |
| | dynamische Belastung | Schwierig hinreichend niedrige Belastungsraten zu realisieren, um den Fehler zu reduzieren. |
| | Rißwachstumsversuche | Erzeugen nicht unbedingt kleine Risse |
| Zyklische Ermüdung | Ermüdungstest | Ähnliche Geometrie Probleme wie bei Festigkeitsversuchen. Interpretation ist problematisch. |
| Kriechen/Verformung | Kriechtest im Zug-, Biege-, oder Durchhangversuch ("sag-test") | Biegetest unterschätzt das Kriechvermögen, Zugversuch ist schwierig. Durchhangversuch ist nur ein empirischer Test. |

...

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| <u>Eigenschaft</u> | <u>Testmethode</u> | <u>Einschränkung</u> |
|-----------------------------|--|--|
| Härte | Verschiedene Verfahren | Mikrohärtetests ergeben große Streuung der Ergebnisse. Makrohärtetests verursachen extensive Rißbildung. |
| Spezifische Wärme | Differenzial- | Begrenzt bis 700 °C. Scanning-Kalorimeter |
| | Drop-Kalorimeter | Große Fehler möglich; gibt mittlere nicht tatsächliche Wärme. |
| Wärmeausdehnung | Mechanisches Dilatometer | Bei einigen Anwendungen ist die Genauigkeit eingeschränkt. |
| | Interferometer | Teuer, erfordert sorgfältige Probenpräparation. |
| Wärmeleitfähigkeit | Statische Verfahren | Es ist schwierig, Fehler zu minimieren. |
| | Dynamische Verfahren | Ergebnisse sind bei IR-durchlässigem Material schwierig zu interpretieren. |
| Thermoschockempfindlichkeit | Abschrecken mit Wasser oder andere Bedingungen | Ergebnis hängt von der Geometrie ab und kann nicht auf andere Schockeigenschaften übertragen werden. |
| Korrosionseigenschaften | Umgebungstests | Verhalten ändert sich mit Testbedingungen; Materialcharakterisierung hängt von Bestimmungskriterien ab. |
| Verschleiß | Verschiedene Verfahren | Standardisierte Tests nur zur Materialklassifikation sinnvoll Simulationen ist der Vorzug zu geben. |

Tabelle 2 Vergleich einiger Verfahren zur Bestimmung der Festigkeit (nach MORRELL 1987)

| <u>Test-Faktoren</u> | <u>Zugversuch</u> | <u>3-Punkt-Biegetest</u> | <u>4-Punkt-Biegetest</u> | <u>Doppelringbiegeversuch</u> |
|---|---|--|-----------------------------------|--|
| belastetes Volumen | groß | sehr klein | klein | klein bis mittel |
| Belastungsart | einaxial | einaxial | einaxial | zwei axial |
| Oberflächen- bearbeitung | empfindlich | empfindlich | empfindlich | empfindlich |
| Kantenbearbei- tung | empfindlich bei Proben mit qua- dratischem Querschnitt | sehr empfindlich, | besser durch Kan- tenabrundung | unbedeutend |
| Reibung an Lastangriffs- punkten | Einspannung ist ein Problem | überwunden durch Verwendung von Rollen auf Halterungen | | problematisch, könnte durch frei rotierende Ku- geln überwunden werden |
| Maßgenauig- keit der Proben (eben, planparallel, windungsfrei) | gute Axiali- tät erforder- lich | unwichtig, wenn Vorrichtung "selbst- ausrichtend", kann aber zu falschen Lastberechnungen führen | | wichtig |
| Nähe der Methode zu den Gleit- schichten des "dünnen Balken" oder der "dünnen Scheibe" | - | gut, wenn der Lastarm mehr als das 3- bis 4-fache der Probendicke beträgt | | gut, wenn der äußere Last- arm mehr als das 3- bis 4- fache der Probendicke be- trägt. Eine numerische An- passung evtl. über Kugel- belastungsgeometrie ist notwendig |
| Kosten | sehr teuer | billig | billig | ziemlich billig, abhängig von der Testvorrichtung |

Abbildungen

- Abb. 1.1 Probengeometrie für den 4-Punkt-Biegetest
- Abb. 1.2 Halterung für den 4-Punkt-Biegetest. Die Probe (A) wird über Rollen (B), die lose in der Halterung (C) liegen, belastet (nach Hoagland et al. 1976)
- Abb. 1.3 Kantenbearbeitung der 4-Punkt-Biegeproben (nach Baratta 1982)
- Abb. 1.4 Anordnung und Probengeometrie für den Doppelringtest
- Abb. 1.5 Spannungsverläufe beim Doppelringtest (nach Thiemeier, persönliche Mitteilung)
- Abb. 1.6 Geometrie des C-Ring-Versuchs (Evans & Stevens 1984)
- Abb. 1.7 Zylindersegmentprobe in 4-Punkt-Biegeprüfungsbelastung (Weiler 1988)
- Abb. 1.8 Zusammenstellung einiger der in der Literatur beschriebenen Probengeometrien zur Zugprüfung
- a) flache Probe mit quadratischem Querschnitt in der Mitte. Halterung und Lastübertragung erfolgen durch Stifte, die durch Bohrungen am oberen und unteren Ende der Probe eingeführt werden (Govila 1982)
 - b) flache Probe mit quadratischem Querschnitt in der Mitte. Die Probe wird in einer entsprechenden Halterung an den Enden eingeklemmt und belastet. (Seshadri & Zhia 1987)
 - c) flache Probe mit rundem Querschnitt in der Mitte. Die Probe wird durch je zwei Stifte am oberen und unteren Ende gefaßt (nach Ohji 1988)
 - d) runde Probe, die durch eine ringförmige Halterung an den Enden gefaßt wird (nach Amoral und Pollock 1988)
- Abb. 1.9 Details der am ORNL entwickelten hydraulisch betriebenen selbsteinstellenden Halterung zur Zugprüfung keramischer Werkstoffe (Liu 1988)

- Abb. 1.10 Prüfung nach dem ASCERA-Verfahren. Die runde Probe (1) wird in die Halterungen (2) eingeklebt, die Belastung erfolgt hydraulisch in einer Druckkammer (3), abgeschlossen wird das System durch Hochdruckdichtungen (4), Endverschlüsse (5), Dichtungshalter (6) sowie einer Positionierungsschraube (7). (nach Nilsson & Mattsson 1986)
- Abb. 1.11 Spannungsverteilung beim Scheibendruckversuch über den Probendurchmessern (Petroski & Ojdrovic 1987)
- Abb. 2.1 Geometrie der gekerbten Biegeprobe zur Bestimmung der Reißfähigkeit
- Abb. 2.2 Doppel-Auslegerbalken-Probe
- Abb. 2.3 Geometrie der Doppeltorsionsprobe
- Abb. 2.4 Verschiedene Probengeometrien mit Spitzkerbe
- Abb. 2.5 Schematische Darstellung eines Vickers-Härteeindrucks mit von den Kanten ausgehender Reißbildung
- Abb. 2.6 Schematische Profildarstellung der Reißformen um einen Vickers-Eindruck
- a) "Halfpenny-Typ"
 - b) "Palmqvist-Typ"
- Abb. 4.1 Generelle Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der Temperatur
- Abb. 4.2 Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit für verschiedene Mineralien und Keramiken (Salmang & Scholze 1982)
- Abb. 4.3 Wärmeleitfähigkeit für zwei SiC-Chargen in Abhängigkeit von der Temperatur. Erläuterungen siehe Text.

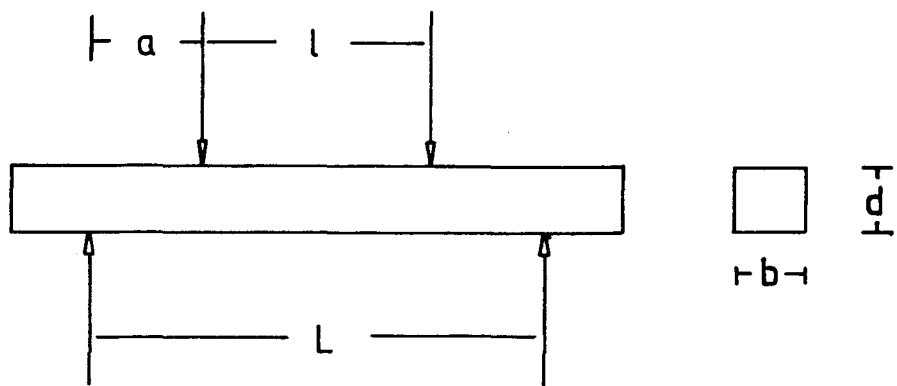


Abb. 1.1

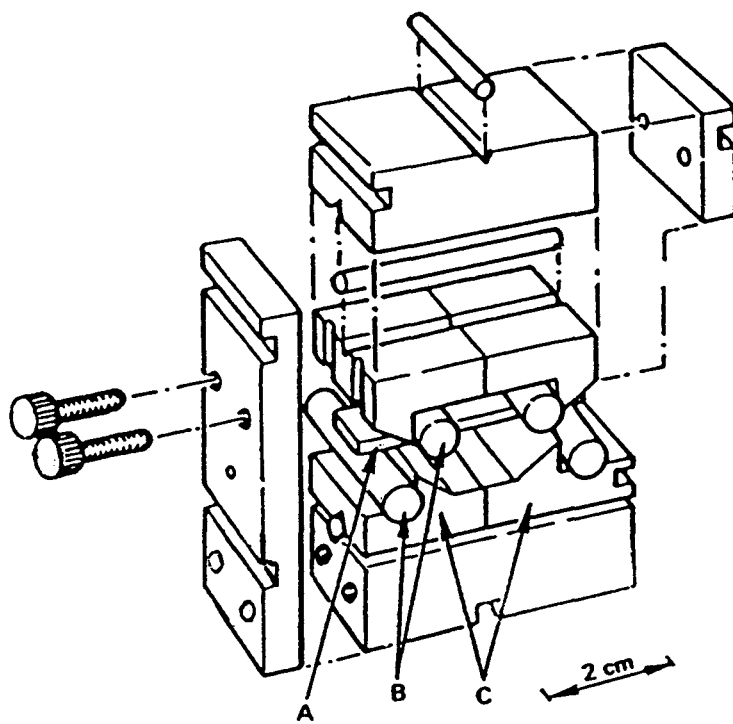


Abb. 1.2

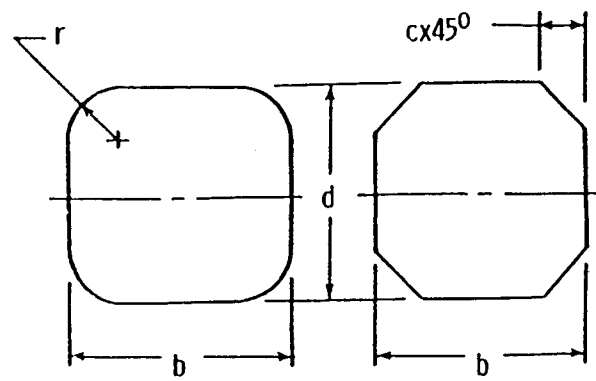


Abb. 1.3

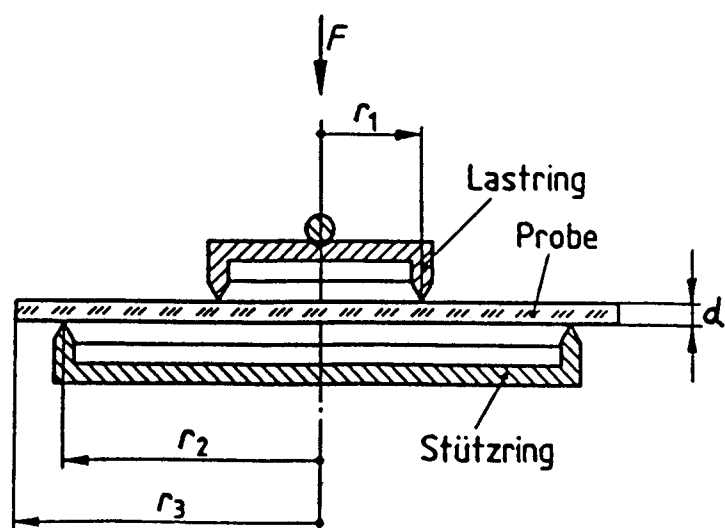


Abb.1.4

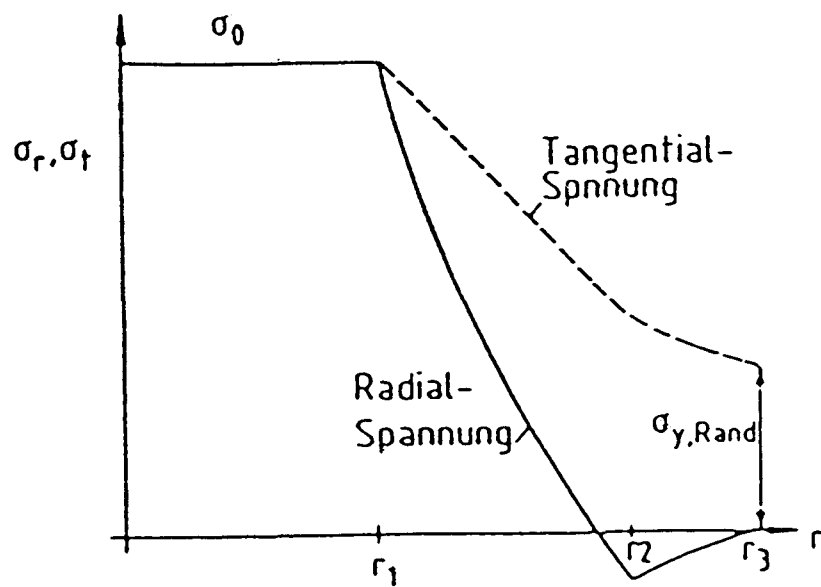


Abb. 1.5

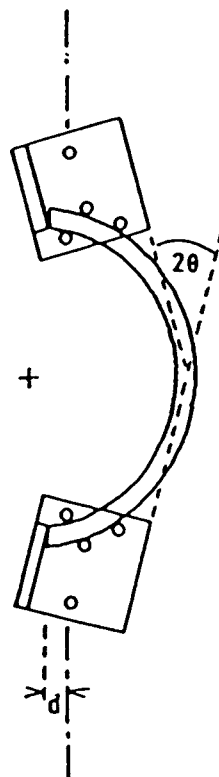


Abb. 1.6

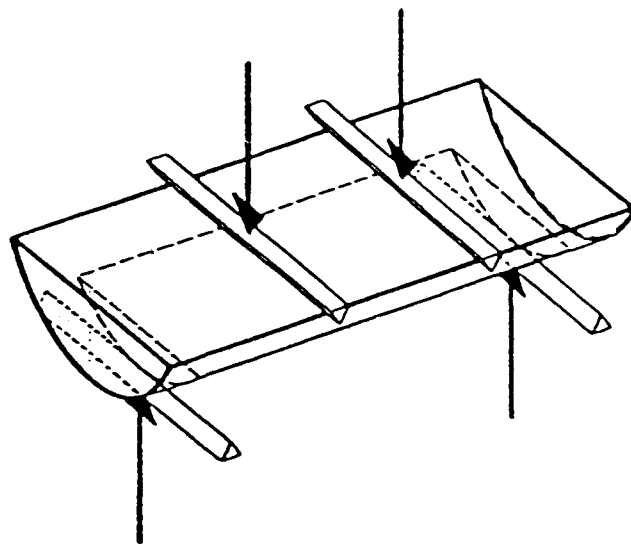
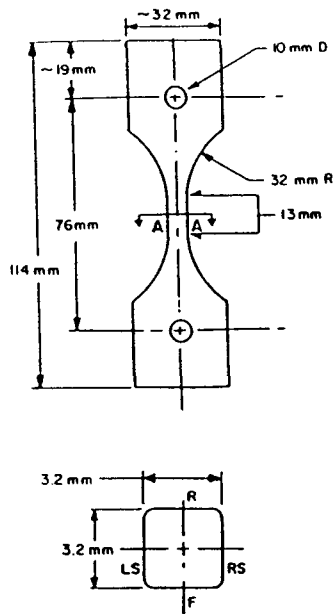
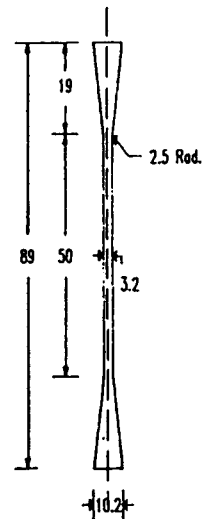


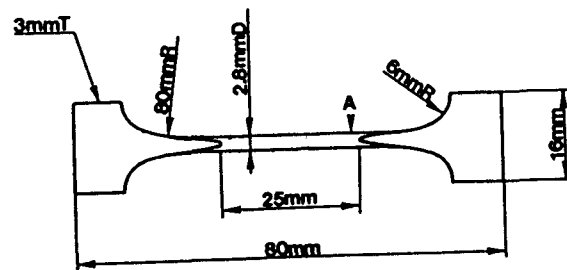
Abb.1.7



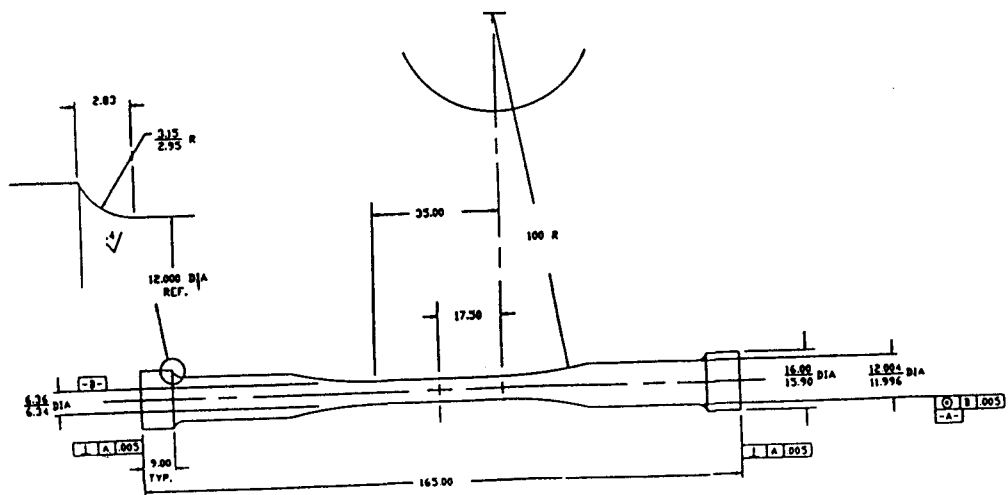
a)



b)



c)



d)

Abb.1.8

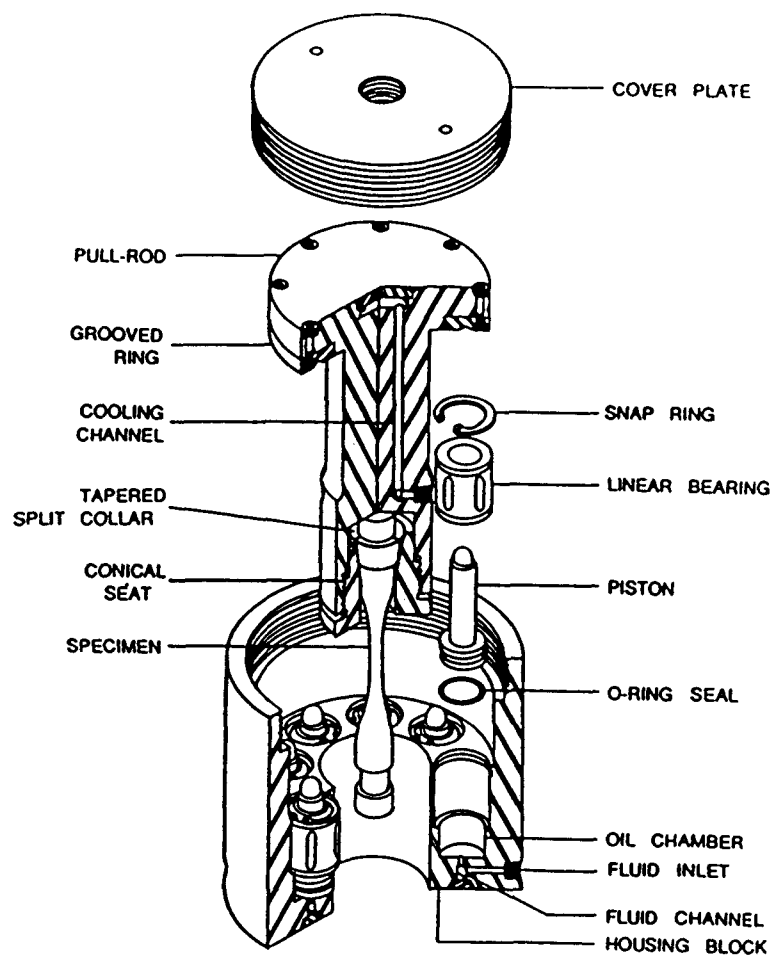


Abb.1.9

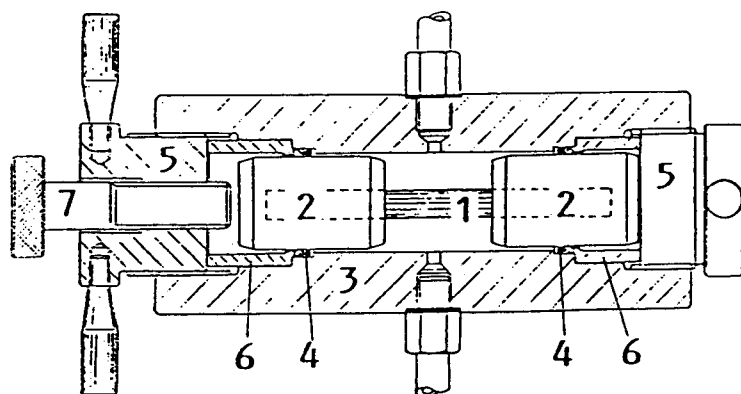


Abb. 1.10

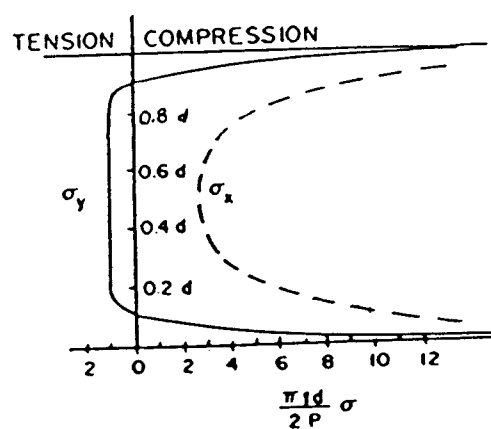
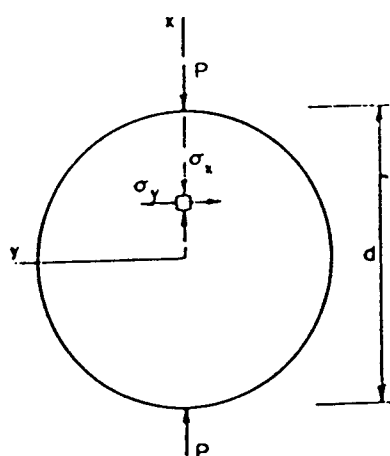


Abb.1.11

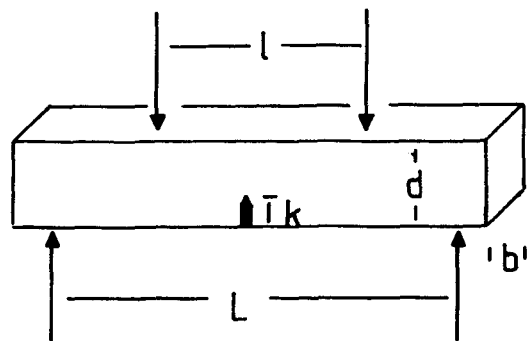


Abb. 2.1

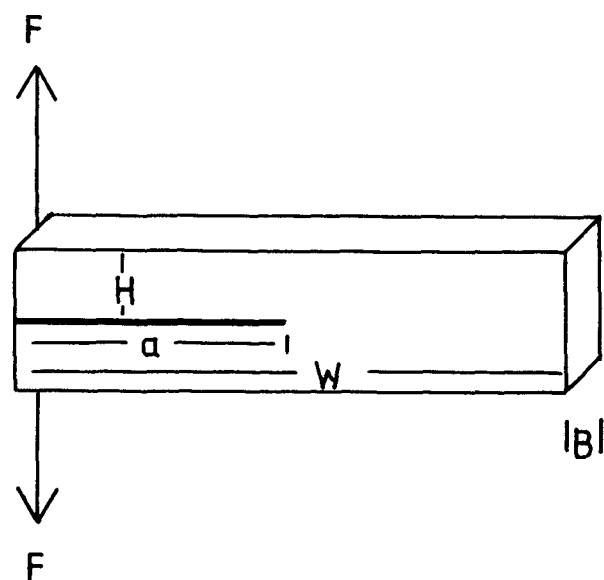


Abb. 2.2

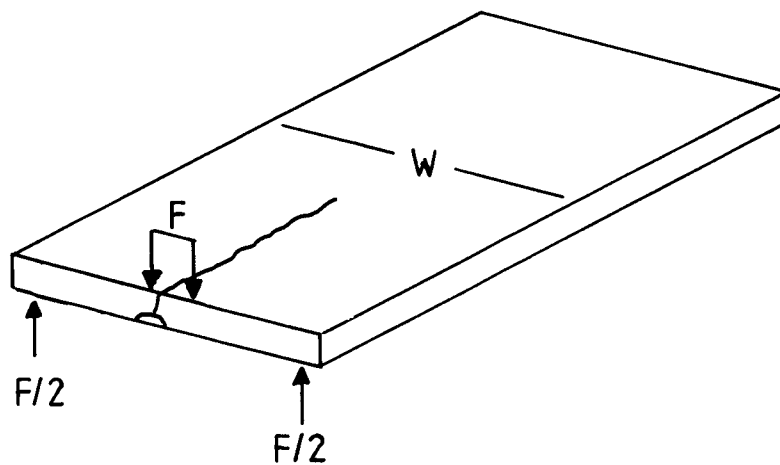
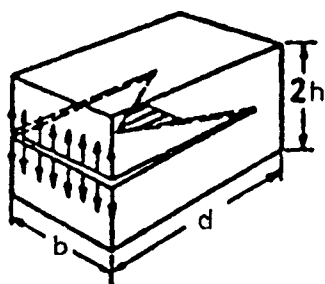
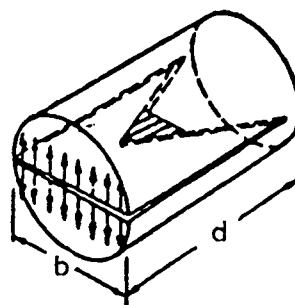


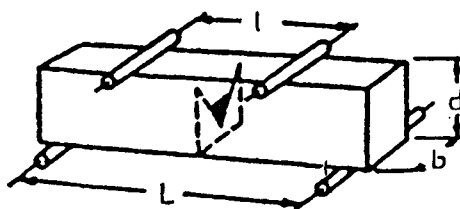
Abb. 2.3



Kurze Rechteckprobe



Kurze Rundprobe



Vierpunkt - Biegeprobe

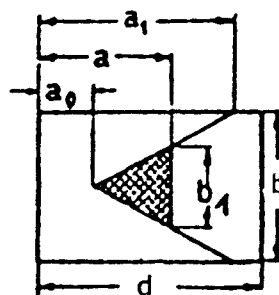


Abb.2.4

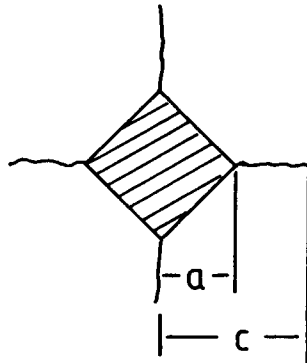
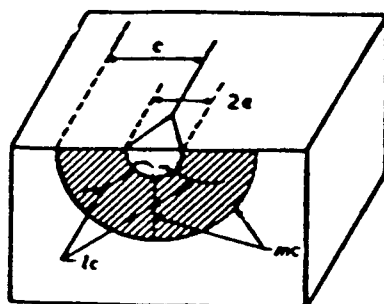
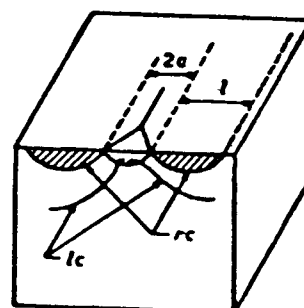


Abb. 2.5



(a)



(b)

Abb. 2.6

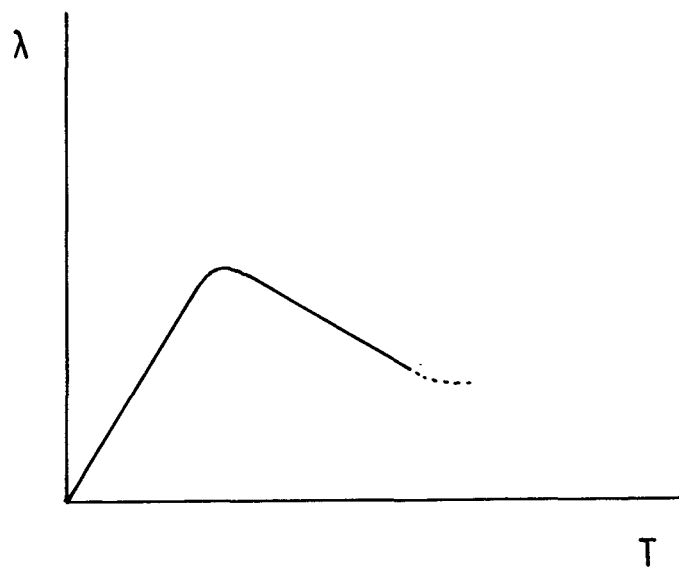


Abb. 4.1

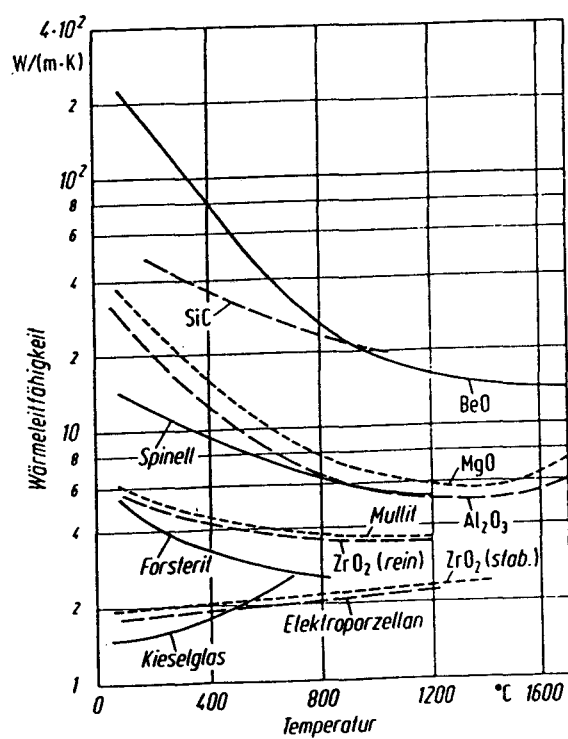


Abb. 4.2

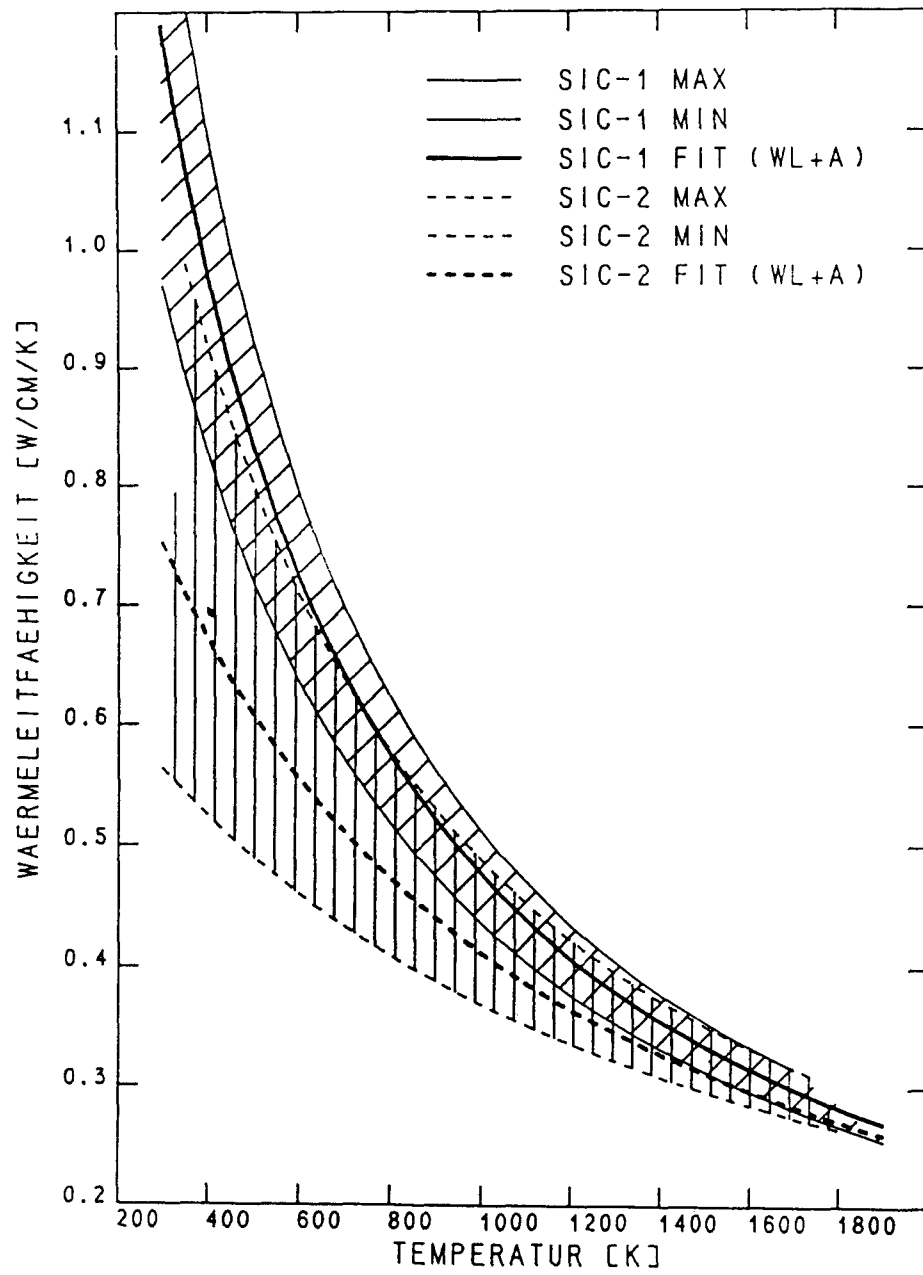


Abb.4.3

